

TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI

Fakulta strojní
Katedra materiálů



DIPLOMOVÁ PRÁCE

V Liberci 2012

Martin Švec

TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI

Fakulta strojní

Katedra materiálu

Studijní program: MN2301 Strojní inženýrství
Studijní obor: 2303T002 Strojírenská technologie
Zaměření: Materiálové inženýrství

SOUVISLOSTI MEZI STRUKTUROU A VYSOKOTEPLTNÍMI MECHANICKÝMI VLASTNOSTMI ALUMINIDŮ ŽELEZA S PŘÍMĚSEMI NIOBU, UHLÍKU A CHRÓMU

THE CONNECTIONS BETWEEN STRUCTURE AND HIGH – TEMPERATURE MECHANICAL PROPERTIES OF IRON ALUMINIDES WITH ADDITIONS OF NIOBIUM, CARBON AND CHROMIUM

KMT - 277

Autor: Bc. Martin Švec
Vedoucí práce: Ing. Pavel Hanus, Ph.D.
Konzultanti: prof. RNDr. Petr Kratochvíl, DrSc.
RNDr. Věra Vodičková, Ph.D.

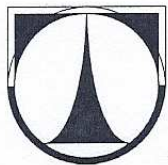
Rozsah práce

Počet stran : 67

Počet obrázků : 83

Počet tabulek : 19

V Liberci, květen 2012



ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

Jméno a příjmení

Bc. Martin Š V E C

studijní program

N2301 Strojní inženýrství

obor

2303 T 002 Strojírenská technologie

zaměření

Materiálové inženýrství

Ve smyslu zákona č. 111/1998 Sb. o vysokých školách se Vám určuje diplomová práce na téma:

Souvislosti mezi strukturou a vysokoteplotními mechanickými vlastnostmi aluminidů železa s příměsemi Nb, C a Cr

Zásady pro vypracování:

(uveďte hlavní cíle diplomové práce a doporučené metody pro vypracování)

1. Seznamte se se současným stavem znalostí k zadané problematice.
2. Zjistěte strukturu a tvrdost materiálů jednak výchozích (případně za horka válcovaných) a jednak tepelně zpracovaných.
3. Popište vliv tepelného zpracování na strukturu a tvrdost.
4. Zjistěte strukturu materiálů po vysokoteplotních creepových testech při teplotách 600 - 800 °C (vzorky z těchto testů vám budou k dispozici) a pokuste se najít souvislost mezi strukturou a creepovými vlastnostmi.
5. Proved'te tahové zkoušky při teplotách 600 - 800 °C (katedra fyziky materiálů UK MFF), event. s obdobným studiem struktury po deformaci.
6. Pokuste se interpretovat vysokoteplotní mechanické vlastnosti studovaných slitin a stanovit optimální z nich.

Forma zpracování diplomové práce:

- průvodní zpráva v rozsahu 40- 50 stran
- přílohy


Seznam literatury (uved'te doporučenou odbornou literaturu):


- [1] Tortorelli,P.F., De Van,J.H.: *Properties and Applications of Iron Aluminides*, TMS, Warrendale, PA, 1994, 257 – 270
- [2] Karlík M., Kratochvíl P., *Intermetalické fáze – nové konstrukční materiály*, výzkumná zpráva 103, VÚK Panenské Břežany, 1991
- [3] Dobeš F.: *The influence of heat-treatment on creep resistance of Fe-Al alloys with additions of niobium and carbon*, Acta Metallurgica Slovaca, 16, 2010, 223
- [4] Palm M., *Phase equilibria in the Fe-corner of the Fe-Al-Nb system between 800 and 1050°C*, J. Alloys Comp. 475, 2009, 175
- [5] Morris,D.G., Munoz-Moriss,M.A., Baudin, C.: *The high temperature strength of some Fe₃Al alloys*, Acta materialia 52, 2004, 2827
- [6] Prymak O., Stein F.: *Solidification and high-temperature phase equilibria in the Fe-Al-rich part of the Fe-Al-Nb system*, Intermetallics 18, 2010, 1322

Vedoucí diplomové práce:
Konzultant diplomové práce:

Ing. Pavel Hanus,Ph.D.
prof. RNDr. Petr Kratochvíl, DrSc.,
RNDr. Věra Vodičková, Ph.D.




prof. Ing. Petr LOUDA,CSc.
vedoucí katedry


doc.Ing.Miroslav MALÝ,CSc.
děkan

V Liberci dne 17.10.2011



ANOTACE

Diplomová práce se zabývá studiem souvislostí mezi strukturou a vysokoteplotními mechanickými vlastnostmi aluminidů železa na bázi Fe_3Al , legovaných niobem, chrómem a uhlíkem. Aluminidy železa jsou velmi slibné konstrukční materiály s celou řadou výhod (např. výborná odolnost proti oxidaci a sulfidaci, relativně vysoká pevnost při pokojové teplotě, nižší měrná hmotnost ve srovnání s korozivzdornými oceli, atd.), ale některé jejich problematické aspekty, jako např. omezená tvárnost při pokojové teplotě nebo prudký pokles pevnosti při teplotách nad 600°C , brání jejich masovějšímu rozšíření. Výzkumy prováděné v rámci této diplomové práce mají za cíl ověřit vliv některých legur na vysokoteplotní mechanické vlastnosti. Byl sledován účinek niobu, uhlíku a chrómu na zlepšování vysokoteplotní pevnosti. Dále se ověřoval efekt následného tepelného zpracování legované slitiny na strukturu a vysokoteplotní mechanické vlastnosti. Mez kluzu pro jednotlivé stavy slitin se stanovovala v rozmezí teplot $200 - 800^\circ\text{C}$.

KLÍČOVÁ SLOVA: aluminidy železa typu Fe_3Al legované Nb, Cr a C; tepelné zpracování aluminidů železa; mikrostruktura a vysokoteplotní mechanické vlastnosti aluminidů železa

ANNOTATION

This work for my diploma deals with the research into the connections between structure and high-temperature mechanical properties of Fe_3Al iron aluminides with the addition of niobium, carbon and chromium. The iron aluminides are very promising materials for structural applications with many advantages (eg. excellent oxidation and sulfidation resistance, relatively high tensile strength at room temperature and lower density than stainless steel), but there are some problems in their properties, for eg. limited ductility at room temperature or a sharp drop in strength above 600°C , prevent their expansion. Research conducted within this thesis aims to verify the influence of some alloying elements on high-temperature mechanical properties. The effect of niobium, carbon and chromium on improving the high-temperature strength was studied. It was verified that the effect of subsequent heat treatment of alloys on the structure and high-temperature mechanical properties too. The yield stress for the individual states of alloys was studied at temperatures ranging from $200 - 800^\circ\text{C}$.

KEY WORDS: Fe_3Al type aluminides with Nb, Cr and C addition; heat treatment of iron aluminides; microstructure and high-temperature mechanical properties of iron aluminides

Poděkování

Úvodem bych rád poděkoval vedoucímu své diplomové práce Ing. P. Hanusovi, Ph.D. za odbornou pomoc a rady při jejím vedení. Dále bych rád poděkoval svým konzultantům prof. RNDr. P. Kratochvílovi, DrSc. a RNDr. V. Vodičkové, Ph.D. za cenné rady a poskytnuté konzultace. RNDr. V. Vodičkové, Ph.D. děkuji také za provedení EDX analýzy a nasnímání struktur mých vzorků elektronovým mikroskopem. Děkuji rovněž Dr. rer. nat. R. Královi, Dr., Ph.D. za provedení tlakových a tahových zkoušek mých vzorků za vysokých teplot a doc. Ing. H. Neumannovi, CSc. za poskytnutí vzorků s označením 911. Dík patří i panu P. Highfieldovi za korekturu anglické anotace mé práce.

Prohlášení

Byl jsem seznámen s tím, že na mou diplomovou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb., o právu autorském, zejména § 60 (školní dílo).

Beru na vědomí, že Technická univerzita v Liberci (TUL) nezasahuje do mých autorských práv užitím mé diplomové práce pro vnitřní potřebu TUL.

Užiji-li diplomovou práci nebo poskytnu-li licenci k jejímu využití, jsem si vědom povinnosti informovat o této skutečnosti TUL; v tomto případě má TUL právo ode mne požadovat úhradu nákladů, které vynaložila na vytvoření díla, až do jejich skutečné výše.

Diplomovou práci jsem vypracoval samostatně s použitím uvedené literatury a na základě konzultací s vedoucím diplomové práce a konzultantem.

V Liberci dne 21.5.2012



Obsah

1. ÚVOD	9
2. TEORETICKÁ ČÁST	10
2.1. Aluminidy železa	10
2.2. Binární systém železo – hliník	10
2.2.1. Antifázové oblasti	13
2.3. Vlastnosti aluminidů železa	14
2.4. Vliv některých používaných legur na vlastnosti aluminidů železa	18
2.5. Možnosti zpevňování aluminidů železa	21
2.5.1. Zpevnění tuhým roztokem	21
2.5.2. Zpevnění nekoherentními precipitáty	23
2.5.3. Zpevnění koherentními precipitáty	25
2.5.4. Zpevnění v důsledku uspořádání slitiny	25
2.6. Mikrostruktura aluminidů železa s příměsí niobu a uhlíku	26
3. EXPERIMENTÁLNÍ METODY	29
3.1. Zkušební vzorky	29
3.2. Příprava vzorků pro mikroskopii	30
3.3. Zkoumání mikrostruktury vzorků	31
3.4. Vysokoteplotní tahové a tlakové zkoušky	31
3.5. Měření tvrdosti	32
4. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST	33
4.1. Materiál 911 s přidavkem chromu	33
4.1.1 Materiál 911 – Z. S. (základní stav)	33
4.1.2. Materiál 911 – S. A. po krátkodobém tepelném zpracování	37
4.1.3. Materiál 911 – L. A. po dlouhodobém tepelném zpracování	38
4.2. Materiál 907	42
4.2.1. Materiál 907 as received	42
4.2.2. Materiál 907Z	45
4.2.3. Materiál 907Y	45
4.3. Materiál 909	47
4.3.1. Materiál 909 as received	47
4.3.2. Materiál 909Z	51
4.3.3. Materiál 909Y	52
4.4. Materiál po creepových testech	55
4.4.1. Materiál 907 po creepových testech	55
4.4.2. Materiál 909 po creepových testech	57
4.4.3. Transmisní elektronová mikroskopie creepovaných vzorků 907 a 909	59
5. DISKUSE VÝSLEDKŮ	60
6. ZÁVĚR	66
7. POUŽITÁ LITERATURA	67



1. ÚVOD

Slitiny železa a hliníku vytvářejí při některých poměrech atomových koncentrací železa a hliníku fáze se specifickými vlastnostmi. Tyto fáze, označované jako intermetalické, se vyznačují uspořádáním na dlouhé vzdálenosti, mají krystalografickou strukturu odlišnou od základních kovů a pouhou interpolací nelze jejich vlastnosti předpovědět. Mají přesné chemické složení, kterým jsou charakterizovány, jejich atomy jsou v krystalové mřížce pravidelně uspořádány a v dokonalé formě bez vad v mřížce mohou existovat pouze ve svém stechiometrickém poměru [1], [2].

Slitiny na bázi Fe – Al, neboli aluminidy železa, jsou materiály, mezi jejichž největší přednosti patří odolnost proti vysokoteplotní korozi, což je předurčuje k použití v celé řadě konstrukčních aplikací. Velkým problémem aluminidů železa, který brání jejich masovějšímu rozšíření, je však prudký pokles jejich pevnosti při teplotách okolo 600 °C, takže nelze plně využít hlavní výhody tohoto materiálu, tj. odolnosti proti vysokoteplotní korozi.

Současné výzkumy aluminidů železa se proto soustřeďují na zlepšení vysokoteplotních mechanických vlastností, především pevnosti a odolnosti proti tečení. Jednou z možných cest zlepšování vysokoteplotních mechanických vlastností je použití legur. V praxi se ověřují účinky příměsí zirkonia, chrómu, titanu, vanadu, tantalu nebo niobu ve spojení s příměsí uhlíku.

Předmětem diplomové práce je zkoumání souvislostí mezi mikrostrukturou a vysokoteplotními mechanickými vlastnostmi aluminidů železa s příměsemi niobu, uhlíku a chrómu. Cílem diplomové práce je ověřit vliv přísady uhlíku, niobu a chrómu na vysokoteplotní mechanické vlastnosti studovaných vzorků aluminidů železa a stanovit, které ze vzorků vykazují nejlepší vlastnosti.



2. TEORETICKÁ ČÁST

2.1. Aluminidy železa

Aluminidy železa se řadí mezi velmi perspektivní materiály s celou řadou výhod, ale jejich masovějšímu rozšíření dosud brání některé jejich problematické vlastnosti.

Mezi nesporné výhody aluminidů železa patří především jejich vynikající korozní odolnost (a to jak proti oxidaci, tak proti sulfidaci), kterou vykazují slitiny s obsahem hliníku vyšším než 18 at. %, dále relativně vysoká pevnost v tahu při pokojové teplotě srovnatelná s austenitickými a feritickými oceli a v neposlední řadě nižší měrná hmotnost v porovnání se stejně korozně odolnými oceli. Používání aluminidů železa v konstrukčních aplikacích je výhodné rovněž z ekonomického hlediska, protože výchozí materiály pro tyto slitiny jsou relativně levné. Na druhou stranu zpracovatelské technologie, jimiž se aluminidy železa vyrábí, jsou drahé (připravují se např. vakuovým obloukovým přetavováním, elektrostruskovým přetavováním nebo vakuovým indukčním tavením), protože tváření se musí provádět za vysokých teplot a rovněž pořizovací cena vybavení pro výrobu aluminidů je vysoká.

Všechny uvedené výhody předurčují aluminidy železa k použití v mnoha technických aplikacích, např. v petrochemickém průmyslu, na části topných systémů (pece, sušárny apod.), katalyzátory, součásti odolné proti vysokoteplotní oxidaci a sulfidaci, součásti v leteckém průmyslu, na části turbín v elektrárnách nebo na izolační obaly slévárenských forem [3].

Překážkou pro hojnější rozšíření aluminidů železa jsou však některé negativní vlastnosti, které jsou s tímto materiálem spjaty. Jedná se zejména o prudký pokles pevnosti za vyšších teplot v oblasti okolo 600°C a poté o špatnou tvárnost při pokojové teplotě, což omezuje jejich zpracovatelnost. Nejnovější výzkumy však prokázaly, že při vhodném složení a mikrostruktuře slitiny lze tažnost aluminidů železa výrazně zlepšit až na 15 %.

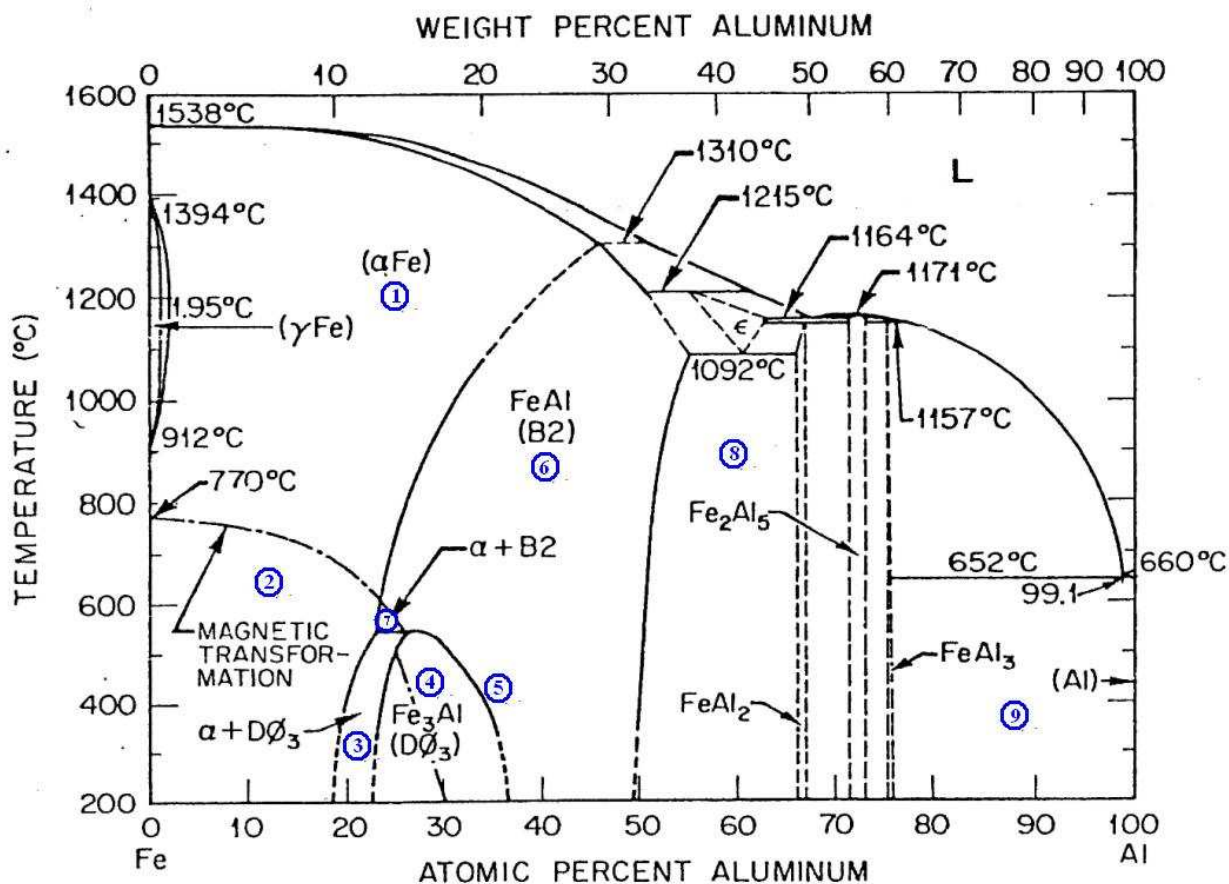
Cílem neustále probíhajícího vývoje aluminidů železa tedy je vytvořit materiál, jenž bude vykazovat vysokou pevnost a odolnost proti oxidaci i sulfidaci za vysokých teplot a zároveň dostatečnou tvárnost při pokojových teplotách [3].

2.2. Binární systém železo – hliník

V systému železo – hliník existuje celá řada fází, ale výzkumy ukázaly, že pro praktické aplikace jsou využitelné pouze fáze v polovině diagramu bohatší na železo. Tyto slitiny lze



rozdělit podle jejich atomového uspořádání na neuspořádanou slitinu Fe – Al s kubickou prostorově středěnou mřížkou – BCC (obr. 1 – oblast 1, 2), na uspořádanou slitinu Fe_3Al (obr. 1 – oblast 4) a uspořádanou B2 slitinu FeAl (obr. 1 – oblast 6) [4]. Celý fázový diagram železo – hliník je zachycen na obrázku Obr. 1.



Obr. 1 – Fázový diagram železo – hliník [3]

- 1) oblast neuspořádaného tuhého roztoku hliníku v železe (α) – nemagnetická oblast
- 2) oblast neuspořádaného tuhého roztoku hliníku v železe (α) – magnetická oblast
- 3) dvoufázová oblast α + D0₃
- 4) oblast Fe_3Al fáze s uspořádanou D0₃ strukturou
- 5) oblast na hranici mezi fázemi Fe_3Al (D0₃) a FeAl (B2) – Fe_3Al fáze s nedokonalou uspořádanou B2 strukturou
- 6) oblast FeAl fáze s uspořádanou B2 strukturou
- 7) dvoufázová oblast α + B2
- 8) dvoufázová oblast – směs krystalů FeAl a FeAl₂
- 9) oblast tuhého roztoku železa v hliníku



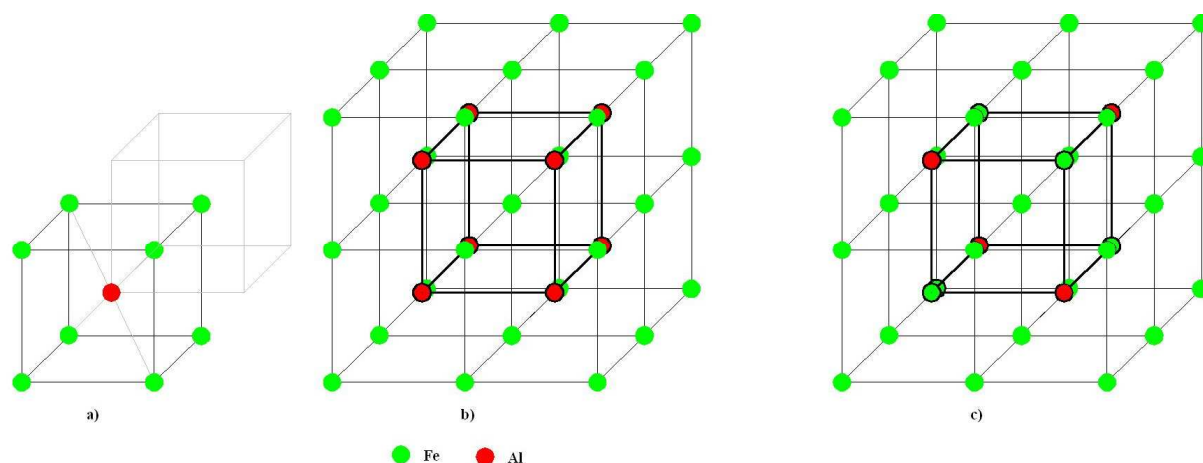
Do 18 at. % hliníku je stabilní neuspořádaný tuhý roztok hliníku v železe α (oblast 1, 2). Při obsahu hliníku vyšším než 18 at. % a nižším než 50 at. % vzniká několik fází. V první řadě uspořádaná fáze Fe_3Al se strukturou D0_3 (oblast 4) a uspořádaná fáze FeAl se strukturou B2 (oblast 6); dále se v oblasti kolem Fe_3Al vytváří na rozhraní mezi fázemi Fe_3Al (D0_3 struktura) a FeAl (B2 struktura) rovnovážná fáze Fe_3Al s nedokonale uspořádanou B2 strukturou (oblast 5) a při nižších obsazích hliníku (18 – 25 at. %) vznikají podél hranice fáze Fe_3Al se strukturou D0_3 dvě dvofázové oblasti, tvořené fázemi $\alpha + \text{D0}_3$ (oblast 3) a $\alpha + \text{B2}$ (oblast 7).

U slitiny, jejíž složení protíná oblast D0_3 (tj. slitina s obsahem hliníku 23 – 37 at. %), je možné u materiálu téhož chemického složení dosáhnout v závislosti na provedeném tepelném zpracování značně odlišných mechanických vlastností. Je to způsobeno tím, že fáze Fe_3Al má při pokojové teplotě strukturu D0_3 , ale tato struktura se nad tzv. kritickou neboli přechodovou teplotou T_C (teplota, při níž dochází ke změně uspořádání z D0_3 na B2) změní na strukturu B2. Pokud se provede prudké ochlazení materiálu z teplot, při nichž je B2 struktura stabilní, zachová si materiál tuto strukturu i při pokojové teplotě (příp. vznikne mix struktur D0_3 a B2), a přestože tedy bude mít stejné chemické složení jako tepelně nezpracovaný materiál, díky odlišné struktuře bude mít jiné mechanické vlastnosti.

B2 fáze má široké rozmezí rozpustnosti. Poblíž svého stechiometrického složení je dokonale uspořádaná a s klesajícím obsahem hliníku se stává nedokonale uspořádanou, kdy odchylky od stechiometrického složení se kompenzují chybami uspořádání, tj. buď vznikem vakancí v mřížce na místech s nedostatkem prvku, nebo uvíznutím atomu v meziuzlové poloze.

Krystalové struktury B2 a D0_3 jsou odvozeny od kubické prostorově středěné struktury (BCC). Nadmřížka B2, znázorněná na obrázku Obr. 2a, b, vznikla prolnutím dvou jednoduchých BCC mřížek, kdy BCC mřížka hliníku je posunuta ve všech třech směrech o $1/2$ mřížkového parametru do BCC mřížky železa, a rohový atom hliníku tedy tvoří středový atom v BCC mřížce železa.

Elementární buňka D0_3 je složena z osmi elementárních buněk B2, které však nemají ve svých středových polohách pouze atomy hliníku, ale dochází zde k pravidelnému střídání



Obr. 2 – Krystalové struktury B2 a $D0_3$ [3]

- a) základní mřížka B2 (FeAl)
b) nadmřížka B2
c) nadmřížka $D0_3$ (Fe_3Al)

atomů hliníku a železa tak, aby se maximalizovala vzdálenost mezi atomy hliníku (čímž mezi nimi dojde k poklesu energie)[3].

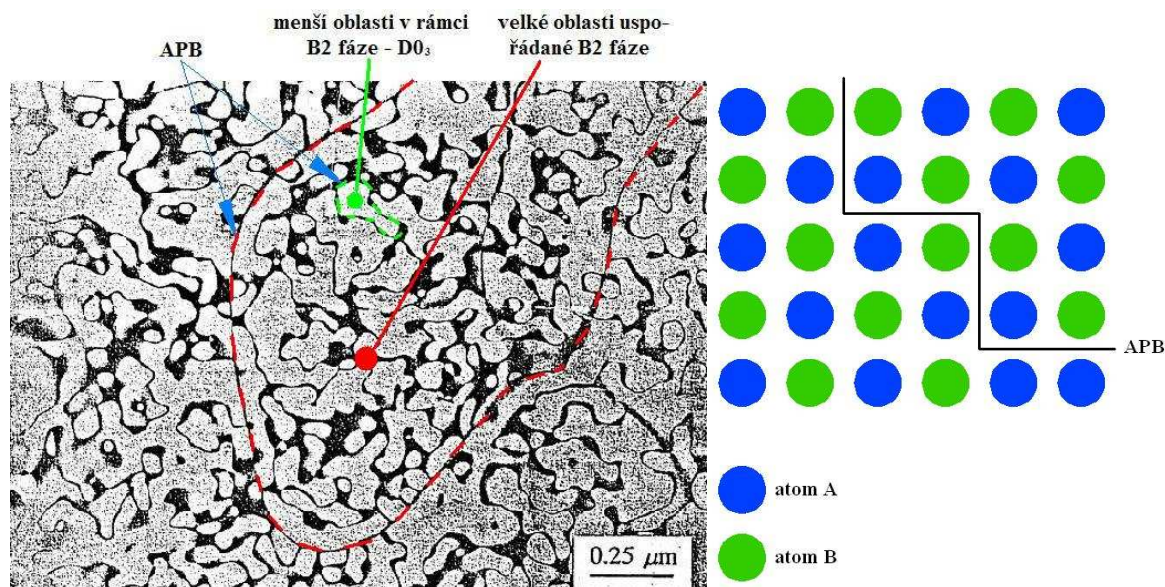
2.2.1. Antifázové oblasti

Jako antifázové oblasti (Antiphase domains – APD) jsou označovány uspořádané oblasti, které nukleují homogenně a rostou do nadmřížky původně uspořádaného materiálu. Jednotlivá zrna mají odlišnou nadmřížku a rostou až do vzájemného dotyku se sousedními zrny. Přitom vznikají v místech styku plošné chyby (objevují se vedle sebe dva stejné atomy), které se nazývají hranice antifázových oblastí (Antiphase domain boundary – APB).

U B2 struktury se vytváří pouze jeden typ APD, ale poblíž složení Fe_3Al dochází při kalení¹ z teploty nad T_c , nad níž je stabilní B2 struktura, ke vzniku $D0_3$ oblastí v rámci původní fáze B2 a v důsledku toho se utváří dva typy APD: velké oblasti s charakteristickým APB vektorem $\langle 111 \rangle$, který charakterizuje uspořádanou B2 strukturu, a uvnitř nich vznikají menší oblasti s charakteristickým APB vektorem $\langle 100 \rangle$, charakterizujícím $D0_3$ strukturu [3].

Příklad antifázových oblastí je uveden na obrázku Obr. 3.

¹ Pod tímto pojmem se u aluminidů železa rozumí prudké ochlazení z vysokých teplot v ochlazovací lázni, nejčastěji olejové.



Obr. 3 – Snímek z transmisního elektronového mikroskopu, znázorňující APB a APD B2 a $D0_3$ při použití $\langle 111 \rangle$ nadmřížkového difrakčního vektoru (vlevo) [3] a schéma vzniku APB (vpravo)

2.3. Vlastnosti aluminidů železa

Vlastnosti aluminidů železa jsou závislé, obdobně jako u ostatních materiálů, na celé řadě proměnných faktorů. U slitin na bázi Fe – Al se jedná zejména o typ krystalové struktury, vady v mřížce, množství a druh přidaných legur, provozní teplotu a druh tepelného zpracování.

Jednou z nejdůležitějších vlastností materiálu při použití v konstrukčních aplikacích je jeho mez pevnosti a mez kluzu. U aluminidů železa roste mez kluzu (a současně tvrdost) s rostoucím obsahem hliníku až do 25 at. % Al, kdy dosahuje nejvyšší hodnoty. Křivka průběhu meze kluzu v závislosti na obsahu hliníku je zachycena na obrázku Obr. 4. Důvodem pro „špičku“ meze kluzu právě při tomto chemickém složení je vysoká míra uspořádanosti $D0_3$ struktury a existence velkého množství malých antifázových oblastí, což je spjato s velkým počtem APB, které působí jako překážky pro pohyb dislokací [3].

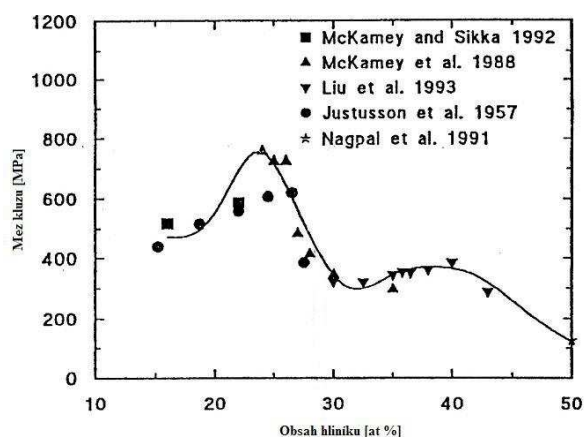
Z pevnostního hlediska se tedy jako nejvýhodnější jeví stechiometrické složení Fe_3Al , ale problematickým aspektem slitiny s tímto složením je nízká hodnota tažnosti, jak dokumentuje obrázek Obr. 5.

U $FeAl$ fáze je možné docílit zpevnění slitiny díky zachování nerovnovážných vakancí v B2 struktuře při kalení z vysokých teplot nebo prostřednictvím tzv. Hall – Petchova vztahu,

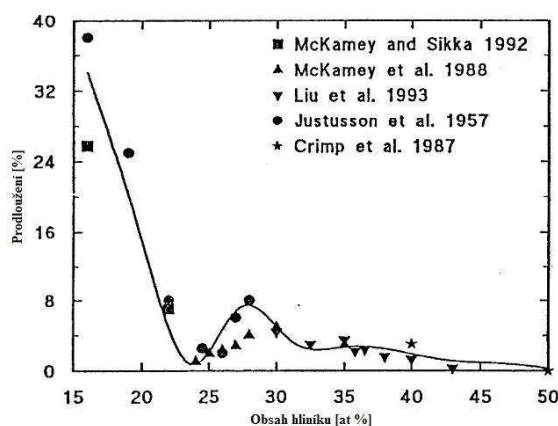


kdy se zpevňování realizuje zjemňováním struktury. Jemnozrnný materiál bude mít delší celkovou hranici zrn než hrubozrnný materiál, a dislokace se v něm tudíž budou pohybovat obtížněji.

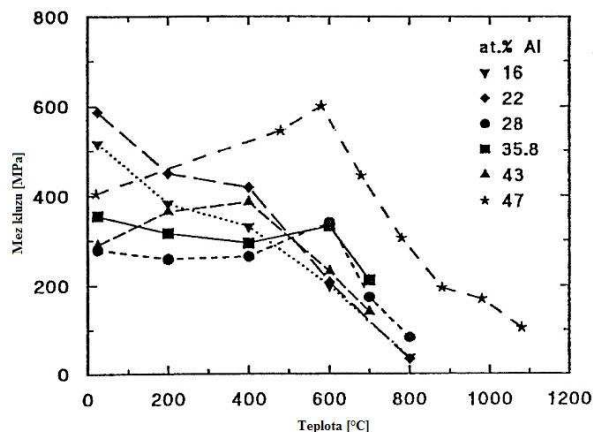
Za vysokých teplot dochází u aluminidů železa k prudkému poklesu pevnosti i meze kluzu, ale u uspořádané Fe_3Al fáze bylo pozorováno, že v oblasti okolo přechodové teploty T_c se naopak objevuje lokální nárůst meze kluzu (viz Obr. 6). Tato „špička“ dosahuje maxima v závislosti na podmínkách tepelného zpracování při teplotách mezi 450°C a 600°C . Podle Stoloffa a Davise vzniká tento lokální nárůst meze kluzu při vyšších teplotách v důsledku rozpadu superdislokací ve vysoce uspořádané mřížce, která v materiálu existuje při nižších teplotách, a přeměny jejich pohybu na pohyb samostatných dislokací v částečně uspořádané matici při vyšších teplotách, přičemž pohyb samostatných dislokací je nesnadnější než pohyb nadmřížkových dislokací.



Obr. 4 – Průběh meze kluzu v závislosti na obsahu hliníku [3]



Obr. 5 – Průběh prodloužení v závislosti na obsahu hliníku [3]



Obr. 6 – Závislost meze kluzu na teplotě [3]

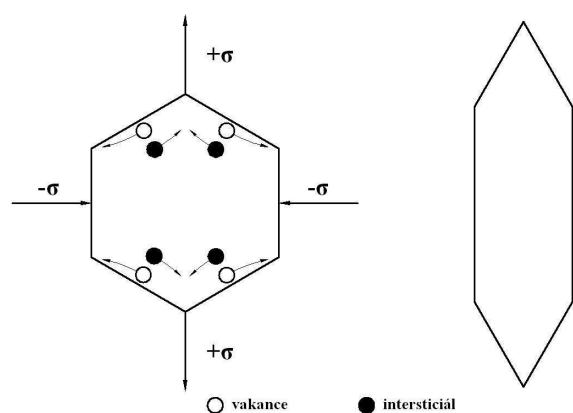
Při podstechiometrickém složení slitiny Fe_3Al ovlivňuje průběh kluzového napětí precipitace α fáze a její následná přeměna na D0_3 strukturu [3]. Během chladnutí slitiny s přídavkem legur vznikají i další precipitáty, které zlepšují creepové a tahové vlastnosti. S tím souvisí požadavky na legury. Legura by měla mít nízkou rozpustnost a malou schopnost difúze, aby vytvářela drobné precipitáty, které nebudou hrubnout ani za vyšších teplot, díky čemuž dojde ke zvýšení odolnosti proti tečení [5]. Jednou z legur, která splňuje tyto požadavky, je např. právě niob.

Odolnost proti tečení je další z důležitých vlastností aluminidů železa. Mechanismy creepu jsou u aluminidů železa obdobné jako u ostatních kovů a slitin. Rozlišuje se tečení difúzní a tečení dislokační.

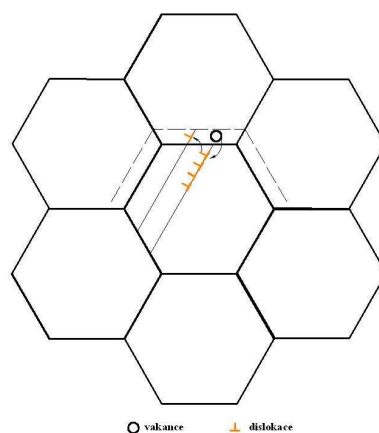
Difúzní creep obvykle probíhá při středních nebo vysokých teplotách za působení nízkých nebo středních napětí. Mechanismus jeho průběhu byl popsán různými autory. Za základní modely difúzního creepu se považuje Hering – Nabarrův model a Cobleho model.

Hering – Nabarrův model je založen na migraci vakancí a intersticiálů uvnitř zrna. Za vyšších teplot mají vakance a intersticiály vysokou difúzní schopnost, v důsledku čehož se vakance přesouvají do oblasti tlakových napětí a intersticiály do oblasti tahových napětí, jak dokumentuje obrázek Obr. 7. Tato migrace má za následek trvalou změnu tvaru zrna.

Cobleho model uvažuje difúzi po hranicích zrn. Creep je způsoben intenzivní migrací vakancí k hranicím zrn. Přechod vakancí do hranice je pak doprovázen šplháním dislokací, a tím dochází k posunu hranice zrna, jak je znázorněno na obrázku Obr. 8.



Obr. 7 – Hering – Nabarrův model creepu



Obr. 8 – Cobleho model creepu

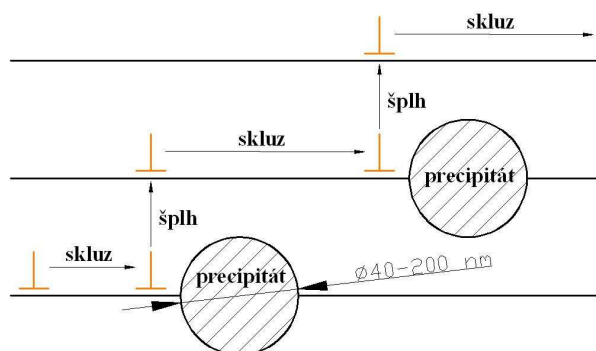
Oba mechanismy difúzního tečení budou probíhat současně, ale v závislosti na vnějších i vnitřních podmínkách bude jeden z mechanismů dominantní (např. u jemnozrnného materiálu bude převládat Cobleho creep díky delší celkové hranici zrn). [6]

Dislokační creep se uplatňuje při vysokých napětích bez ohledu na teplotu a probíhá buď krystalografickým skluzem dislokací, nebo šplháním dislokací. Odolnost proti dislokačnímu creepu proto lze zvýšit přidáním legur, jež vytvářejí precipitáty, které brání pohybu dislokací. Skluz a šplhání dislokací je zobrazeno na obrázku Obr. 9. Pohyb dislokace skluzem je zastaven na částici precipitátu. Dislokace se nemůže dále pohybovat ve skluzové rovině, ale pokud dojde k oddifundování atomů, které tvoří hranu vložené poloroviny, může se dislokace šplháním přemístit do jiné roviny. K oddifundování atomů vložené poloroviny je však zapotřebí zvýšené teploty, která musí dosáhnout minimálně 0,3 teploty tání [7].

Jednou z možností zvyšování creepové odolnosti je zavedení druhé disperzní fáze, která bude jemně rozptýlená v základní matici. Disperzní fází mohou být stabilní oxidy, intermetalické precipitáty nebo karbidické (příp. boridické) precipitáty. Aby dispergovaná fáze efektivně zvyšovala creepovou odolnost, musí splňovat dva základní požadavky. Musí být přítomna v dostatečném množství (objemový podíl precipitátů by se měl pohybovat mezi 1 a 3 %) a být odolná proti hrubnutí při požadované teplotě, což zaručí nízká rozpustnost dané fáze, kterou lze odhadnout z její volné energie vzniku. V tabulce Tab. 1 jsou zachyceny

Tab. 1 – Volná energie vzniku a rozpustnosti
vybraných sloučenin v aluminidech
železa [8]

sloučenina	volná energie vzniku při teplotě 1000K [kJ/mol]	rozpustnost při teplotě 1000K
Al_4C_3	174	$5 \cdot 10^{-2}$
Fe_3AlC	27	20%
NbC	120	$7 \cdot 10^{-4}$
SiC	55	3%
VC	95	$3 \cdot 10^{-3}$
WC	36	10%
AlN	200	$6 \cdot 10^{-6}$
CrN	40	9%
NbN	190	$1 \cdot 10^{-5}$
CrB_2	85	3%
NbB_2	240	$6 \cdot 10^{-5}$
Al_2O_3	1360	$1 \cdot 10^{-15}$



Obr. 9 – Princip dislokačního creepu



rozpustnosti některých sloučenin, u nichž by se mohlo uvažovat o využití jako disperzní fáze v aluminidech železa. Jako nejúčinnější pro snížení creepové rychlosti se ukázaly precipitáty NbC, které jsou při teplotě 1000K stále stabilní, ale problémem je skutečnost, že NbC se velmi obtížně rozpouští v dostatečném množství. Protipól tohoto problému naopak reprezentují např. precipitáty Fe_3AlC , které se sice snadno rozpouští, ale zase nemají potřebnou stabilitu za vysokých teplot. Výzkum se proto zaměřuje na otázku, jak rozpustit v základní matici dostatečné množství disperzní fáze, která bude zároveň stabilní za vysokých teplot [8].

2.4. Vliv některých používaných legur na vlastnosti aluminidů železa

Řada legur má pozitivní vliv na zlepšování creepové odolnosti (odolnost proti tečení se zvyšuje buď prostřednictvím zpevňujících disperzních fází, kterými mohou být např. karbidy nebo boridy, nebo vznikem zpevňujícího tuhého roztoku) i dalších mechanických vlastností aluminidů železa.

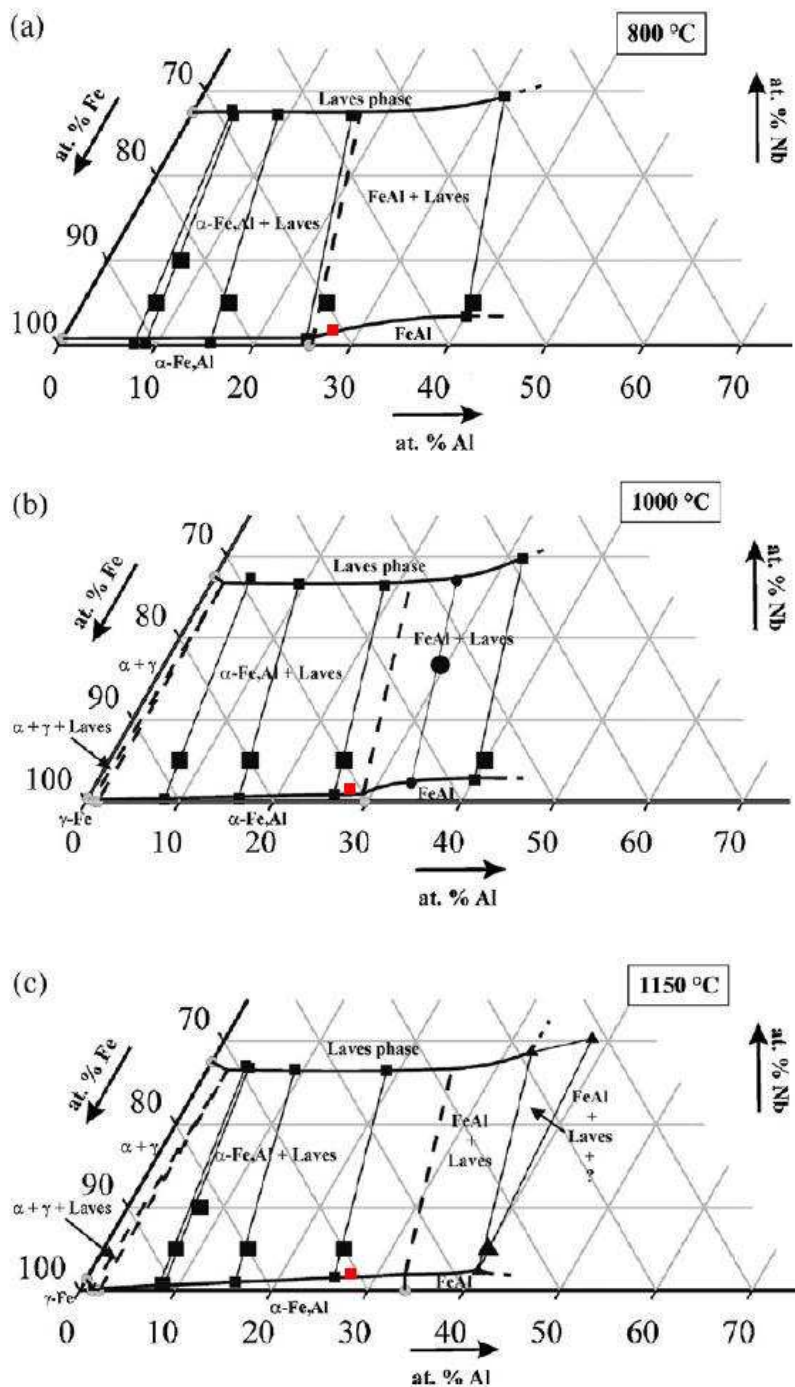
Chrom výrazně zlepšuje tažnost Fe_3Al fáze při pokojové teplotě (přídavek chromu v řádech jednotek at. % do slitiny Fe – Al zvýší tažnost aluminidů železa při pokojové teplotě až na dvojnásobek), ale současně snižuje mez kluzu. Může to být způsobeno tím, že chrom potlačuje charakter D0_3 mřížky a stabilizuje B2 strukturu. Chrom má rovněž vliv na creepovou odolnost, kterou zlepšuje (podobně jako např. titan nebo mangan) díky vytváření tuhého roztoku [3].

Niob zvyšuje odolnost proti vysokoteplotnímu creepu, ale současně většinou způsobuje pokles tažnosti při pokojové teplotě. Jeho rozpustnost v aluminidech železa je poměrně nízká, ale snadno se slučuje s uhlíkem nebo bórem za vzniku karbidů, resp. boridů. Tyto karbidy (příp. boridy) mají příznivý vliv na vysokoteplotní creepovou pevnost. Díky nim dochází k tzv. precipitačnímu zpevnění. Efekt precipitačního zpevnění je tím větší, čím jsou částice jemnější a rovnoměrněji rozptýlené v matici. Precipitáty zpevňují materiál prostřednictvím fixování hranic zrn a blokováním pohybu dislokací. Niobu se do slitiny Fe – Al přidává obvykle mnohem méně než 10 at. %, obsah přidávaného uhlíku (příp. bóru) se pohybuje v desetinách at. %. Od obsahu uhlíku nad 0,2 at. % však karbidy mohou precipitovat po hranicích zrn a způsobovat interkrystalické porušení. Obdobné účinky jako niob má ve slitině přídavek křemíku, tantalu, céru, titanu, molybdenu, zirkonu nebo hafnia. Legují-li se aluminidy železa niobem a zároveň malým množstvím zirkonia, získá slitina výrazně vyšší



creepovou životnost, jež se může zlepšit až padesátinásobně (z jednotek na stovky hodin při 600°C a zatížení 200 MPa) [3].

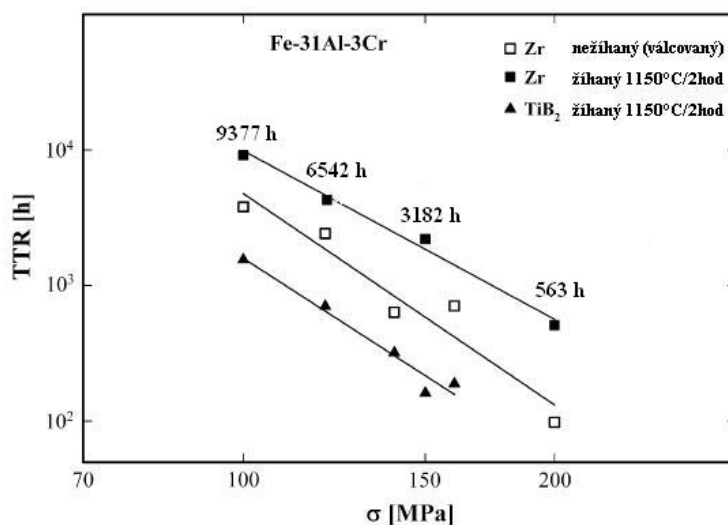
Na obrázku Obr. 10 jsou znázorněny řezy ternárním diagramem Fe – Al – Nb při teplotách 800°C, 1000°C a 1150°C.



Obr. 10 – Řezy ternárním diagramem Fe – Al – Nb při teplotách 800°C (a), 1000°C (b) a 1150°C (c) [9] (červeně vyznačeno složení slitin 907 a 909 z experimentální části)



Zirkonium je dalším z prvků, který pozitivně působí na zlepšování pevnosti a vysokoteplotní creepové odolnosti aluminidů železa, zlepšuje rovněž tažnost a odolnost proti vzniku únavových trhlin. Výzkumy prováděné na materiálu s přidavkem zirkonia a popsané v článku [11] ukazují, že dalšího zvýšení pevnosti i creepové odolnosti je možné dosáhnout vyžháním materiálu. Během žhání dochází k rozpouštění menších zirkoniových částic v matici, a tím ke zpevnění prostřednictvím tuhého roztoku. Při chlazení ze žhací teploty navíc vznikají precipitáty na bázi Zr – C (je-li v matici přítomen také uhlík), které zůstávají stabilní i při creepové teplotě 800°C a jsou zodpovědné za zvýšení pevnosti hranic zrn. ZrC precipitáty rovněž zachytávají vodík přítomný v materiálu, čímž přispívají ke zlepšení mechanických vlastností. Na obrázku Obr. 11 je znázorněn mnohem větší efekt přidavku zirkonia ve srovnání s TiB_2 na creepovou odolnost aluminidů železa a porovnání vlastností nežíhaného a žíhaného materiálu legovaného zirkoniem [10].



Obr. 11 – Porovnání času do lomu (TTR) při creepových testech aluminidů železa s přidavkem Zr nebo TiB_2 , prováděných při teplotě 600°C a různých hodnotách napětí [10]

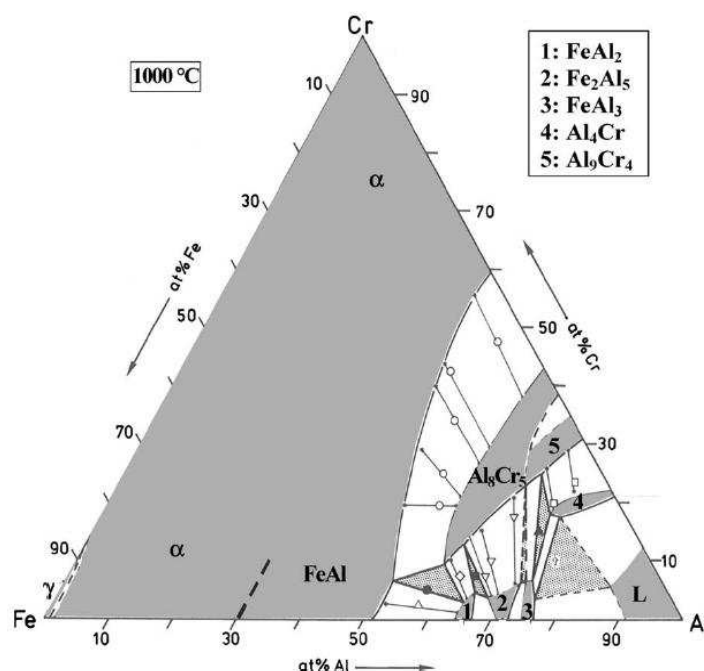
2.5. Možnosti zpevňování aluminidů železa

2.5.1. Zpevnění tuhým roztokem

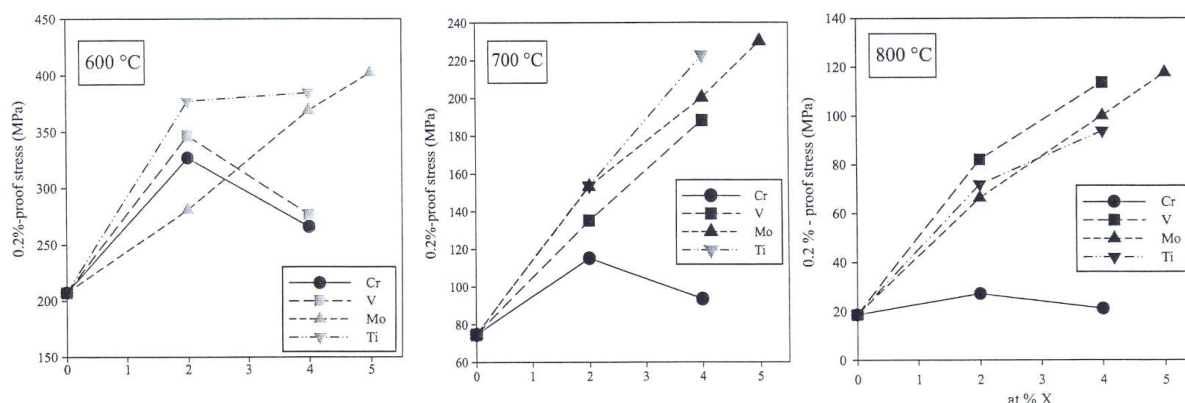
První možnost, jak zpevňovat aluminidy železa, je prostřednictvím tuhého roztoku, kdy dochází k rozpuštění legury v základní matici Fe – Al a tím k jejímu zpevňování. Tato varianta zpevňování je však silně závislá na rozpustnosti legury v matici, která se u řady prvků přicházejících v úvahu pohybuje pouze v jednotkách atomových procent.

Typickým příkladem systému, v němž je v široké oblasti složení možné uvažovat zpevnění prostřednictvím tuhého roztoku, je systém Fe – Al – Cr. Na obrázku Obr. 12 je znázorněn izotermický řez tímto diagramem při 1000°C. V oblasti do 50-ti at. % Al je rozpustnost chromu v matici dokonalá, a nemohou tedy vznikat žádné sekundární fáze. Ty mohou precipitovat až při vyšším obsahu hliníku. Největšího zpevnění v systému Fe – Al – Cr se dosahuje při 2 at. % Cr, jak je patrné z obrázku Obr. 13. Dalšími vhodnými legurami pro zpevňování materiálu prostřednictvím tuhého roztoku jsou např. V, Mo nebo Ti. Slitiny s přidavkem některého z těchto prvků vykazují vyšší mez kluzu s rostoucím obsahem legujícího prvku. [11]

Z posledních studií vyplývá, že za závislost meze kluzu na obsahu legury může být zodpovědný efekt anomálie meze kluzu [12]. Ta se projevuje poklesem meze kluzu při nižších teplotách mezi 100 a 300°C a následným růstem až do zhruba 600°C, při nichž



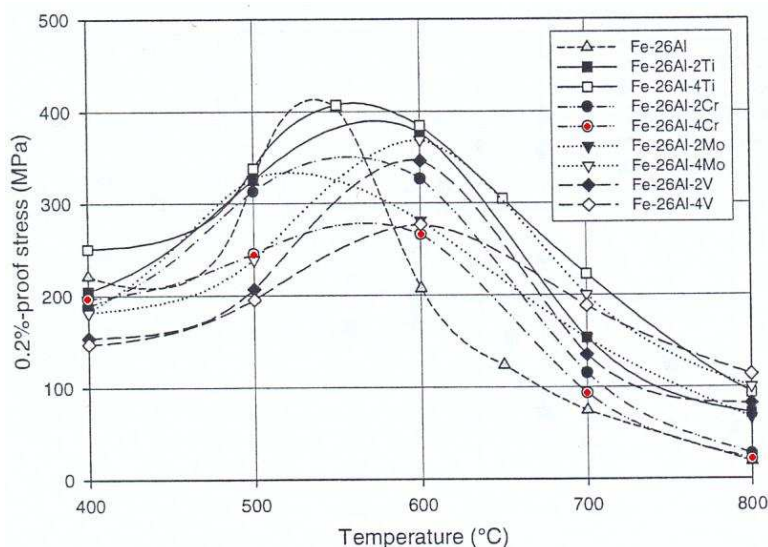
Obr. 12 – Izotermický řez diagramem Fe – Al – Cr při teplotě 1000°C [11]



Obr. 13 – Závislost meze kluzu na množství přidané legury pro slitinu Fe–26Al–X (X= Cr, V, Mo, Ti) [11]

dosahuje maxima, což dokumentuje obrázek Obr. 14. Konkrétní průběh křivky závislosti meze kluzu na teplotě je ovlivněn množstvím přidané legury, deformační rychlostí a tepelným zpracováním.

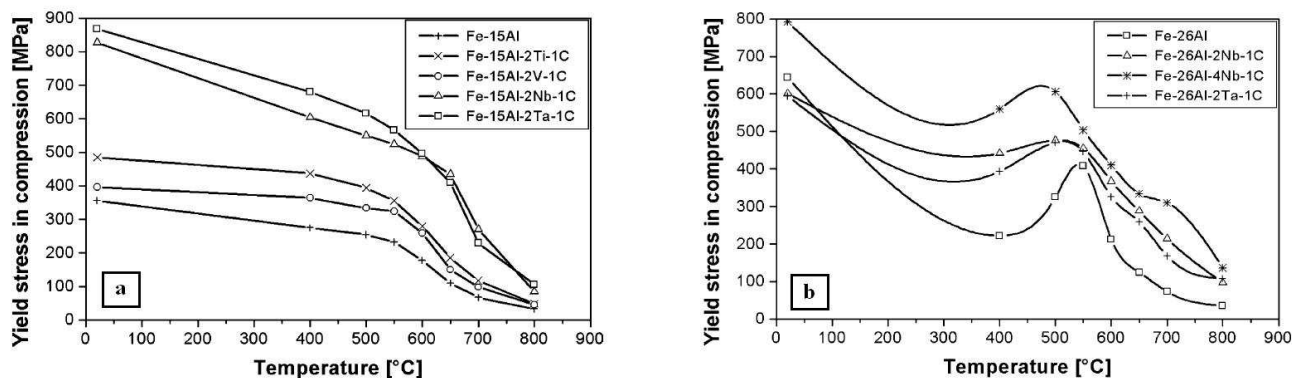
Materiál Fe–26Al–2Cr vykazuje nejvyšší mez kluzu při 550°C, materiál Fe–26Al–4Cr při 560°C, přičemž teplota přechodu T_c z D0₃ na B2 je pro slitinu s přídavkem 2 at. % Cr 551°C, resp. 553°C pro 4 at. % Cr. Maximum meze kluzu může tedy mít souvislost s přechodem mezi jednotlivými typy mřížek [12].



Obr. 14 – Efekt anomálie meze kluzu pro materiály s různým druhem a obsahem přidané legury [12]



U kvaternární slitiny Fe – Al – Nb – C se anomálie meze kluzu projevuje v závislosti na obsahu hliníku. Výrazná „špička“ se objevuje u slitiny s obsahem hliníku okolo 26 at. %, u materiálu s 15 at. % hliníku se vůbec nevyskytuje, jak je vidět z obrázku Obr. 15a, b. Slitina Fe – 26Al – 2Nb – 1C vykazuje vrchol anomálie meze kluzu v oblasti 500°C a dosahuje hodnoty cca 470 MPa. Z obrázku Obr. 15b je patrné, že s rostoucím obsahem niobu roste při všech teplotách mez kluzu, což demonstruje zpevňující efekt Lavesovy fáze (Fe, Al)₂Nb. Matrici rovněž zpevňují precipitáty NbC, které mají výrazný vliv zejména za vyšších teplot, protože při nich jsou stabilnější a odolnější proti hrubnutí než Lavesova fáze. [13]



Obr. 15 – Teplotní závislost meze kluzu pro materiály na bázi Fe – 15Al – X – 1C a Fe – 26Al – X – 1C [13]

2.5.2. Zpevnění nekoherentními precipitáty

Valná většina legur má v systému Fe – Al pouze omezenou rozpustnost, a od určitého množství přidané legury tudíž mohou vznikat precipitáty (nejčastěji intermetalické fáze nebo karbidy), které se rovněž podílejí na zpevňování aluminidů železa [12].

Typickým příkladem systému, v němž snadno vznikají precipitáty intermetalické fáze, je Fe – Al – Zr, protože Zr je v aluminidech železa téměř nerozpustné. V tomto systému se mohou vytvářet v závislosti na množství hliníku buď precipitáty Lavesovy fáze (označované jako λ a vznikající při nižších obsazích hliníku) nebo precipitáty intermetalické fáze (Fe,Al)₁₂Zr (označované jako τ_1 a vznikající při vyšších obsazích hliníku) [11]. Díky těmto precipitátům dochází ke zpevnění matrice, a tím ke zvýšení meze kluzu materiálu jak za nízkých a středních, tak i za vysokých teplot. S růstem pevnosti je však také spojen nežádoucí růst křehkosti materiálu. Větší míru zpevnění vykazují vzorky s vyšším obsahem hliníku, v nichž se vyskytují precipitáty τ_1 fáze. Oproti tomu zpevnění Lavesovou fází (λ) je značně

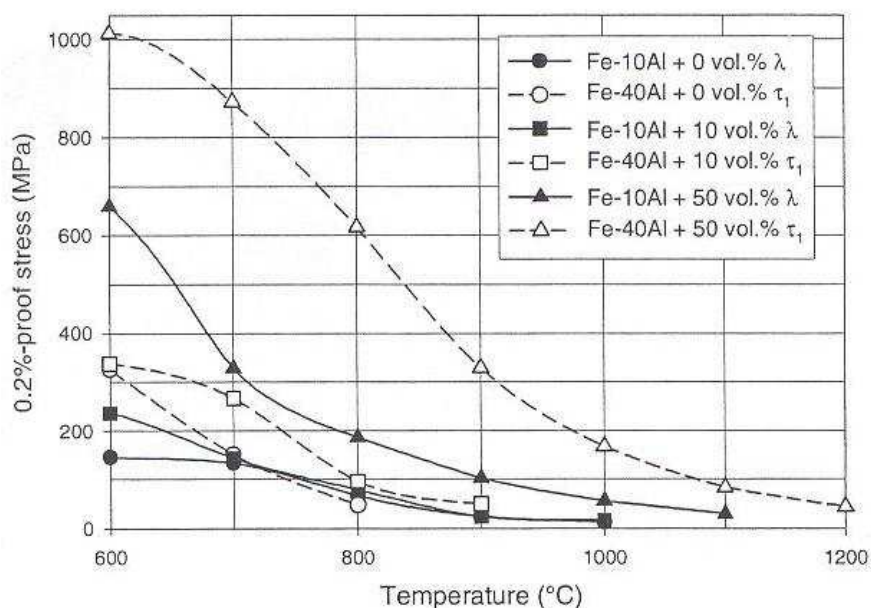


nižší ve srovnání s efektem τ_1 fáze, jak dokumentuje obrázek Obr. 16, z něhož je patrný výrazný vliv precipitátů na pevnost materiálu. Zatímco slitina Fe – 40Al bez přítomnosti precipitátů ve struktuře vykazuje mez kluzu okolo 300 MPa při teplotě 600°C, stejná slitina při shodné teplotě dosahuje meze kluzu 1000 MPa, obsahuje-li 50 obj. % τ_1 fáze [12].

Vedle intermetalických fází mohou mít vliv na zpevnění aluminidů železa také karbidy. Přidá-li se do systému Fe – Al samotný uhlík, dochází ke vzniku κ -fáze Fe_3AlC_x (fáze perovskitického typu), nebo může uhlík interagovat s přísadkou některé další legury, jako např. Nb, Ti nebo Ta [12].

Rozpustnost uhlíku v systému Fe – Al – C se při teplotách nad 800°C pohybuje okolo 1 at. % a jen nepatrně se s rostoucí teplotou mění. Při nižších teplotách se však rozpustnost uhlíku výrazně snižuje (např. při 320°C je už pouhých $5 \cdot 10^{-5}$ at. %), což umožňuje vznik κ -fáze ve formě tenkých jehlic, které precipitují po hranicích zrn při chlazení z vysokých teplot a významným způsobem ovlivňují mechanické vlastnosti materiálu [11].

V systému Fe – Al – C – X (X = Nb, Ti, Ta) se kombinuje zpevňování matrice jednak vlivem precipitace Lavesovy fáze, a jednak přísadkou uhlíku, který s legurou X vytváří karbidy. Pozitivním zjištěním je, že u slitin tohoto typu nedochází ani při dlouhodobém žíhání za vysokých teplot k hrubnutí precipitátů a rovněž mikrostruktura zůstává stabilní [12].



Obr. 16 – Závislost meze kluzu na teplotě u materiálů s různým typem a rozdílným objemem precipitátů [12]



2.5.3. Zpevnění koherentními precipitáty

Existují legury jako např. Ni nebo Ti, jejichž přidání do Fe – Al způsobuje určitou mezeru v mísitelnosti² mezi A2 a B2 strukturou, příp. A2 a L2₁ strukturou³. Díky této mezeře je umožněn vznik koherentních precipitátů, které mají silný zpevňující efekt. Tento efekt byl podrobně zkoumán na systému Fe – Al – Ni, v němž se vytváří mezera mísitelnosti mezi uspořádanou fází NiAl se strukturou B2 a neuspořádanou α -(Fe,Al) fází se strukturou A2. Mřížková neshoda mezi oběma fázemi je natolik malá, že umožňuje tvorbu velmi jemné koherentní dvoufázové mikrostruktury [11].

Tab. 2 – Příklad systémů, které umožňují vznik koherentních precipitátů [12]

systém	koherentní precipitáty	krystalová struktura precipitátů
Fe – Al – Ni	α -(Fe,Al)	A2
	(Ni,Fe)Al	B2
Fe – Al – Ti	α -(Fe,Al)	A2
	Fe ₂ TiAl	L2 ₁
Fe – Al – V	α -(Fe,Al)	A2
	Fe ₂ VAI	L2 ₁
	případně (Fe,V)Al	B2
	Fe ₂ VAI	L2 ₁

2.5.4. Zpevnění v důsledku uspořádání slitiny

Čtvrtou možností zpevňování slitin na bázi Fe – Al je stabilizace D0₃ struktury za vyšších teplot. Stabilizace se dosáhne zvýšením přechodové teploty T_C, což umožňují některé legury (např. Ti). Efekt růstu teploty T_C je tím vyšší, čím větší je nesoulad v rozměrech atomu železa a atomu substitučního prvku, kterým je železo nahrazováno. Neexistuje sice přímý vztah mezi T_C a mezí kluzu, ale obvykle legura, která zvyšuje T_C, zvyšuje také maximum meze kluzu.

Nejvhodnějším prvkem pro zvyšování teploty T_C se jeví titan, který má navíc značnou výhodu v tom, že je dobře rozpustný v matici Fe – Al. Při 1000°C je možné v Fe – Al rozpustit 25 at. % Ti, který nahradí atomy železa a struktura přitom bude typu L2₁.

² Pojem mezera mísitelnosti (miscibility gap) se používá pro část fázového diagramu, ve které se dvě fáze, jež mají v podstatě stejnou strukturu, nemísí ani nejsou v sobě navzájem rozpustné.

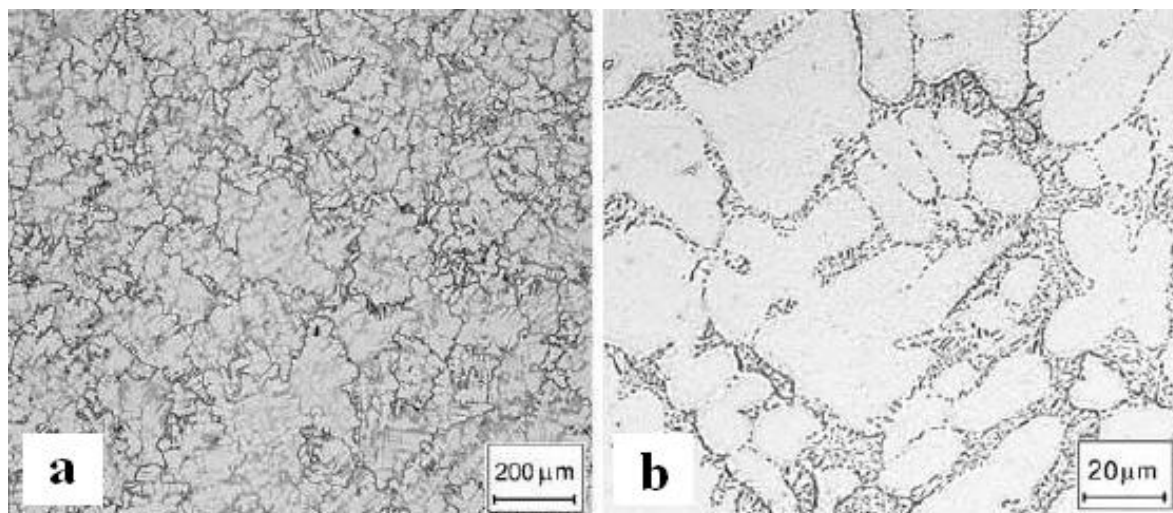
³ L2₁ je ternární obdobou D0₃ struktury



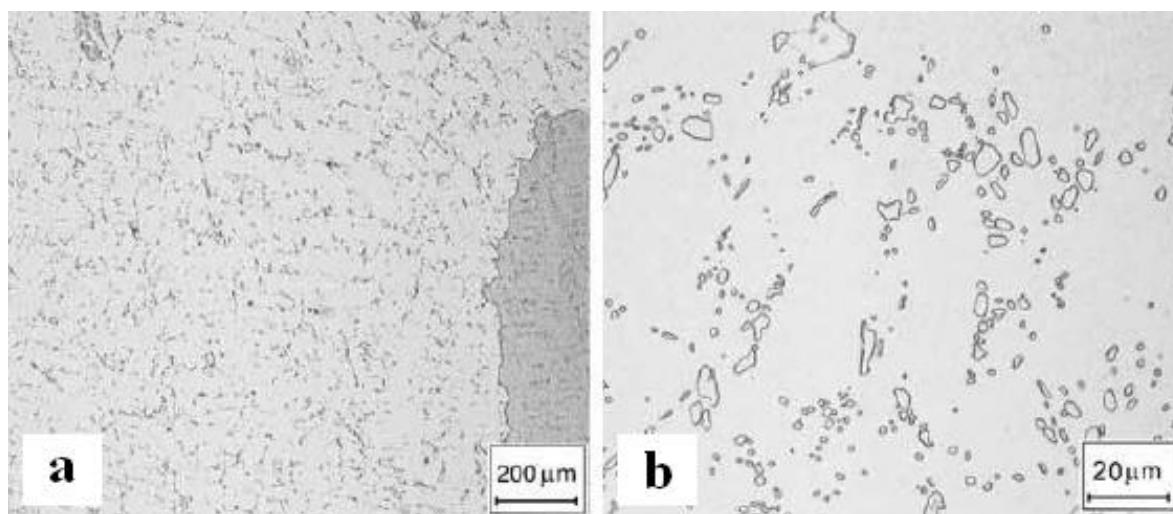
Maximální teplotu T_c (1215°C) vykazuje slitina se stechiometrickým složením Fe_2TiAl . Slitina Fe – Al – Ti se vyznačuje vysokou mezí kluzu a výbornou odolností proti creepu i za vysokých teplot až do 1100°C [11].

2.6. Mikrostruktura aluminidů železa s příměsí niobu a uhlíku

Mikrostruktura aluminidů železa s příměsí 2 at. % niobu a 1 at. % uhlíku se liší v závislosti na obsahu hliníku. Při obsahu hliníku 15 at. % se tvoří dendritická buněčná struktura s dobře patrnými zbytky eutektika, jak je vidět z obrázku Obr. 17b. Po tepelném zpracování této slitiny při 1000°C po dobu 1 měsíce došlo k významným mikrostrukturním



Obr. 17 – Mikrostruktura slitiny Fe–15Al–2Nb–1C v litém stavu [4]



Obr. 18 – Mikrostruktura slitiny Fe–15Al–2Nb–1C po měsíčním žíhání při teplotě 1000°C [4]



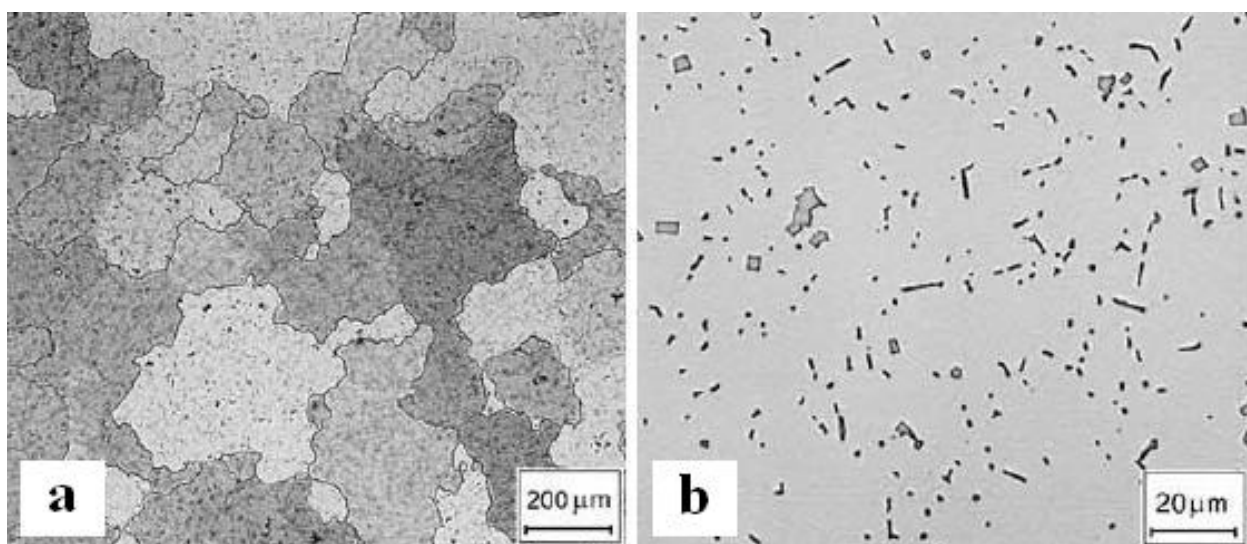
Tab. 3 – Složení vyprecipitovaných fází ve slitině Fe–15Al–2Nb–1C [4]

fáze	složení at. %			
	Fe	Al	Nb	C
NbC	3,7	0,09	62,0	34,0
Lavesova fáze (Fe, Al) ₂ Nb	64,3	8,7	26,7	-

změnám (viz obrázek Obr. 18a, b). Zbytky eutektika se rozpustily a vznikly precipitáty, které byly pomocí rentgenové difrakce identifikovány jako NbC a Lavesovy fáze se složením daným tabulkou Tab. 3 [4].

Činí-li obsah hliníku 26 at. %, vytváří se polygonální zrnová struktura s homogenně rozloženými precipitáty. Mikrostruktura slitiny s tímto obsahem hliníku je zachycena na obrázku Obr. 19a, b. U této slitiny nebyly pozorovány žádné významné změny po tepelném zpracování (1000°C/1 měsíc). Jak v litém, tak ve vyžíhaném stavu se vyskytovaly precipitáty pouze jednoho druhu (NbC). V tepelně zpracovaném materiálu byly tyto precipitáty ve srovnání s odlitým stavem mírně sféroidizované [4].

Výše uvedené závěry o vzniku nových fází v materiálu s 15-ti at. % (resp. 26-ti at. %) hliníku platí, jsou-li výchozí suroviny vysoce čisté. V praxi se však využívají suroviny nižší



Obr. 19 – Mikrostruktura slitiny Fe–26Al–2Nb–1C v litém stavu [4]



čistoty, v důsledku čehož se i v materiálu s 26-ti at. % hliníku mohou vytvářet další sekundární fáze jako např. $(\text{Fe,Al})_2\text{Nb}$, $(\text{Fe,Al})_{12}\text{Nb}$ nebo Fe_3AlC .

Výzkumy prokázaly, že při teplotách nižších než 700°C je výhodnější zpevňovat aluminidy železa Lavesovými fázemi, při teplotách nad 700°C je naopak vhodnější aluminidy zpevňovat karbidy. Zkoumán byl rovněž vliv žíhání na creepovou rychlost u aluminidů železa. Zkoušky ukázaly, že creepová rychlost se v materiálu žíhaném při 1150°C snižuje, ale vyžihá-li se materiál při 1000°C , creepová rychlost se zvyšuje [14].



3. EXPERIMENTÁLNÍ METODY

3.1. Zkušební vzorky

Souvislosti mezi strukturou a vysokoteplotními mechanickými vlastnostmi aluminidů železa s příměsemi niobu, uhlíku a chromu byly zkoumány na sadě patnácti vzorků.

Tab. 4 – Přehled zkoumaných vzorků

označení vzorku	nominální složení (at. %)					stav
	Fe	Al	Nb	C	Cr	
907 as received	71,0	27,6	1,2	0,2	-	základní stav; materiál válcován při teplotě 1200°C na tloušťku 11 mm
907Z	—''—	—''—	—''—	—''—	-	žháno při teplotě 1000°C po dobu 1 hodiny
907Y	—''—	—''—	—''—	—''—	-	žháno při teplotě 1150°C po dobu 1 hodiny
907_03	—''—	—''—	—''—	—''—	-	základní stav materiálu creepovaný při teplotě 800°C
907Z_01	—''—	—''—	—''—	—''—	-	materiál vyžháný při 1000 °C/1 hod a následně creepovaný při teplotě 800°C
907Y_04	—''—	—''—	—''—	—''—	-	materiál vyžháný při 1150 °C/1 hod a následně creepovaný při teplotě 800°C
909 as received	71,0	27,1	1,1	0,8	-	základní stav; materiál válcován při teplotě 1200°C na tloušťku 11 mm
909Z	—''—	—''—	—''—	—''—	-	žháno při teplotě 1000°C po dobu 1 hodiny
909Y	—''—	—''—	—''—	—''—	-	žháno při teplotě 1150°C po dobu 1 hodiny
909_03	—''—	—''—	—''—	—''—	-	základní stav materiálu creepovaný při teplotě 800°C
909Z_04	—''—	—''—	—''—	—''—	-	materiál vyžháný při 1000 °C/1 hod a následně creepovaný při teplotě 800°C
909Y_04	—''—	—''—	—''—	—''—	-	materiál vyžháný při 1150 °C/1 hod a následně creepovaný při teplotě 800°C
911 – Z. S.	66,2	28,1	0,5	0,2	5	základní stav; materiál válcován při teplotě 1200°C na tloušťku 11 mm
911 – S. A.	—''—	—''—	—''—	—''—	—''—	žháno při teplotě 1150°C po dobu 2 hodin
911 – L. A.	—''—	—''—	—''—	—''—	—''—	žháno při teplotě 1400°C po dobu 100 hodin



Slitiny byly odlévány na Technické univerzitě Ostrava a poté válcovány při 1200°C na konečnou tloušťku 11 mm v několika krocích s redukcí 20 % v každém průchodu. Mezi kroky byly prováděny 45 minutové meziohřevy zpět na válcovací teplotu.

Jednotlivé vzorky se od sebe odlišovaly jednak chemickým složením a jednak tepelným zpracováním, jak ukazuje tabulka Tab. 4. U části vzorků byly navíc provedeny creepové testy při teplotě 800°C.

Vzorky 907 a 909 se od sebe liší obsahem uhlíku; vzorky 907 obsahují 0,2 at. % uhlíku, zatímco příměs uhlíku ve vzorcích 909 činí 0,8 at. %. Do vzorků 911 bylo přidáno 5 at. % chromu.

3.2. Příprava vzorků pro mikroskopii

Vzorky pro metalografický výbrus byly z materiálu odebrány odříznutím na přesné pile Isomet 1000. Vlastní příprava vzorků byla prováděna na brusce a leštičce Phoenix Beta s parametry danými tabulkou Tab. 5.

Po vyleštění se vzorky leptaly leptadlem KFM I (100 ml H₂O, 40 ml 63% HNO₃, 15 ml 38% HCl) po dobu 2 sekund a následně se opláchly nejdříve v proudu vody a poté v methylenu. Na závěr byly vzorky ponořeny do isopropylalkoholu (C₃H₈O) a na 10 minut vloženy do ultrazvukové leštičky Polsonic 3, aby se z jejich povrchů odstranily zbytky leptadla a případných dalších nečistot.

Tab. 5 – Parametry přípravy vzorků

krok	typ brusiva	čas broušení/leštění [min]	zatížení vzorku [N]	otáčky brusky [min ⁻¹]
1	brusný papír P240	3	5	200 souběžně
2	brusný papír P1200 (15 μm)	3	5	200 souběžně
3	suspenze Metadi Supreme 9 μm	6	5	150 souběžně
4	suspenze Metadi Supreme 3 μm	6	5	150 souběžně
5	suspenze Metadi Supreme 1 μm	4	5	120 souběžně
6	suspenze OP-S Suspension (oxidické leštění)	9	5	110 protiběžně



3.3. Zkoumání mikrostruktury vzorků

Mikrostruktura vzorků byla nejdříve zkoumána ve stavu po oxidickém leštění suspenzí OP-S optickým mikroskopem Nikon Epiphot 200 na Katedře materiálu TUL. Snímání mikrostruktury bylo prováděno při zvětšeních 50x, 100x, 200x, 500x a 1000x pomocí kamery Nikon DS-5M-U1 a počítačového programu NIS-Elements 3.1. Část snímků byla pořízena ve světlém poli, část s použitím Nomarského kontrastu pro zvýšení plastičnosti obrazu.

Poté byly vzorky naleptány leptadlem KFM I a pozorovány rastrovacím elektronovým mikroskopem Tescan Vega XMU v laboratořích VŠ Škoda Auto a.s. – Na Karmeli v Mladé Boleslavi. Na elektronovém mikroskopu byly jednak pořízeny fotografie struktury materiálů při větších zvětšeních (za použití jak sondy pro detekci sekundárních elektronů- SE, tak sondy pro detekci zpětně odražených elektronů- BSE), a jednak zde byla provedena bodová i plošná prvková energiově disperzní mikroanalýza (EDX).

3.4. Vysokoteplotní tahové a tlakové zkoušky

Zkoušky tahem a tlakem za vysokých teplot (v rozmezí 200 – 800°C) byly realizovány na Katedře fyziky materiálů Matematicko-fyzikální fakulty Karlovy univerzity v Praze.



Obr. 20 – Stroj Instron model 1186 pro tlakové zkoušky za vysokých teplot



Obr. 21 – Stroj Instron model 1195 pro tahové zkoušky za vysokých teplot



Obr. 22 – Zkušební vzorky pro zkoušku tlakem (vlevo) a pro zkoušku tahem (vpravo)

Zkouška tlakem se prováděla na vzorcích 907 a 909. Vzorky byly v základním nežíhaném stavu a od každé řady bylo k dispozici 6 kusů zkušebních kvádrů o rozměrech 5x5x8 mm. Vlastní zkouška byla uskutečněna na zařízení Instron model 1186 (viz obrázek Obr. 20).

Tahem za vysokých teplot se zkoušel materiál 911 v základním stavu, z něhož byly vyrobeny zkušební tyčky. K dispozici bylo opět 6 kusů zkušebních tyček, které se testovaly na trhacím stroji Instron model 1195 (viz obrázek Obr. 21).

Zkušební vzorky pro zkoušku tahem i tlakem jsou zachyceny na obrázku Obr. 22.

3.5. Měření tvrdosti

Tvrdost vzorků byla měřena na tvrdoměru Zwick 3212 na Katedře materiálu TUL. Měření bylo prováděno metodou podle Vickerse se zatížením 0,5 kg (tedy HV 0,5) po dobu 10-ti sekund.



4. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

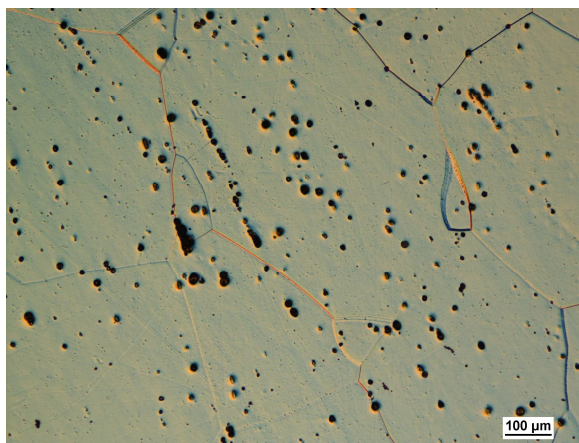
4.1. Materiál 911 s přidavkem chromu

4.1.1. Materiál 911 – Z. S. (základní stav)

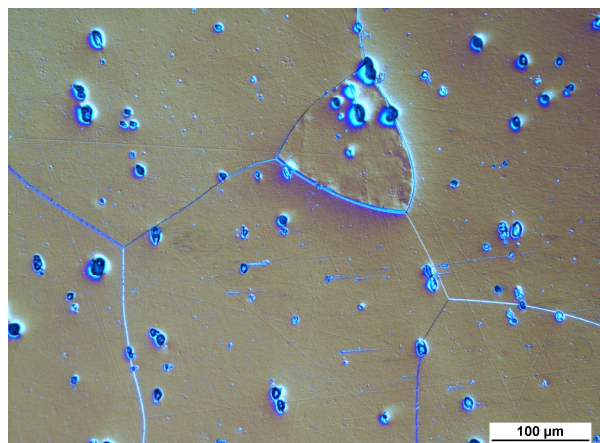
Analýza struktury materiálu 911 – Z. S.

Struktura materiálu 911 – Z. S., tedy materiálu s přidavkem 5 at. % chromu a v základním stavu, je zachycena na obrázcích Obr. 23 a 24, pořízených pomocí světelné optické mikroskopie (LOM).

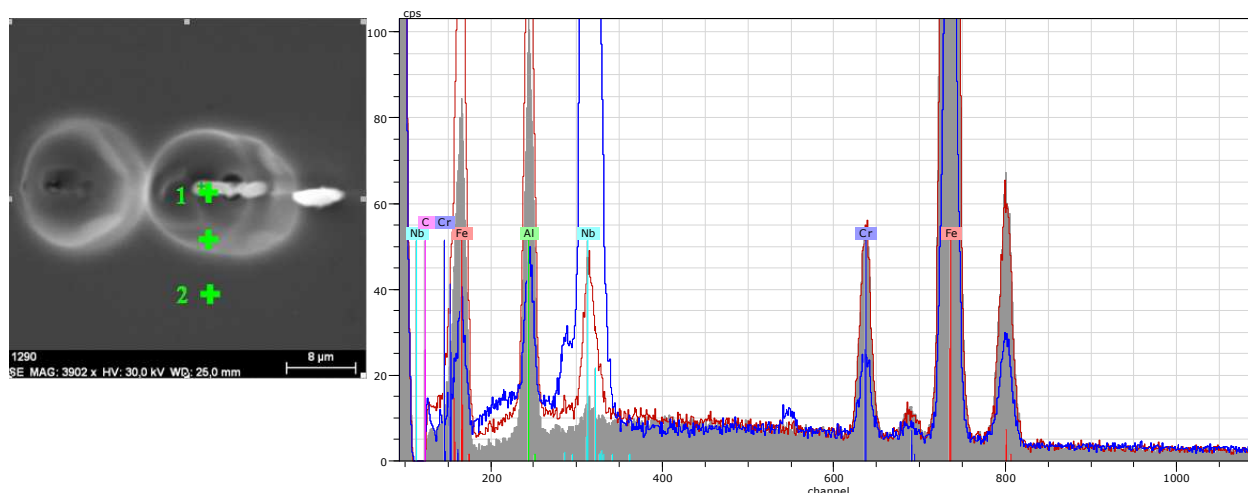
Matrice materiálu je silně hrubozrnná (zrna mají velikost přibližně 550 μm) a jsou v ní pravidelně distribuovány precipitáty, jejichž velikost se pohybuje okolo 15 – 20 μm . Bodovou



Obr. 23 – Struktura materiálu 911 – Z. S.
zvětšeno 100x, leptadlo KFM I



Obr. 24 – Struktura materiálu 911 – Z. S.
zvětšeno 200x, neleptáno



Obr. 25 – Prvkové spektrum materiálu 911 – Z. S. (šedivé pozadí – složení matrice; modré linie – složení precipitátů)

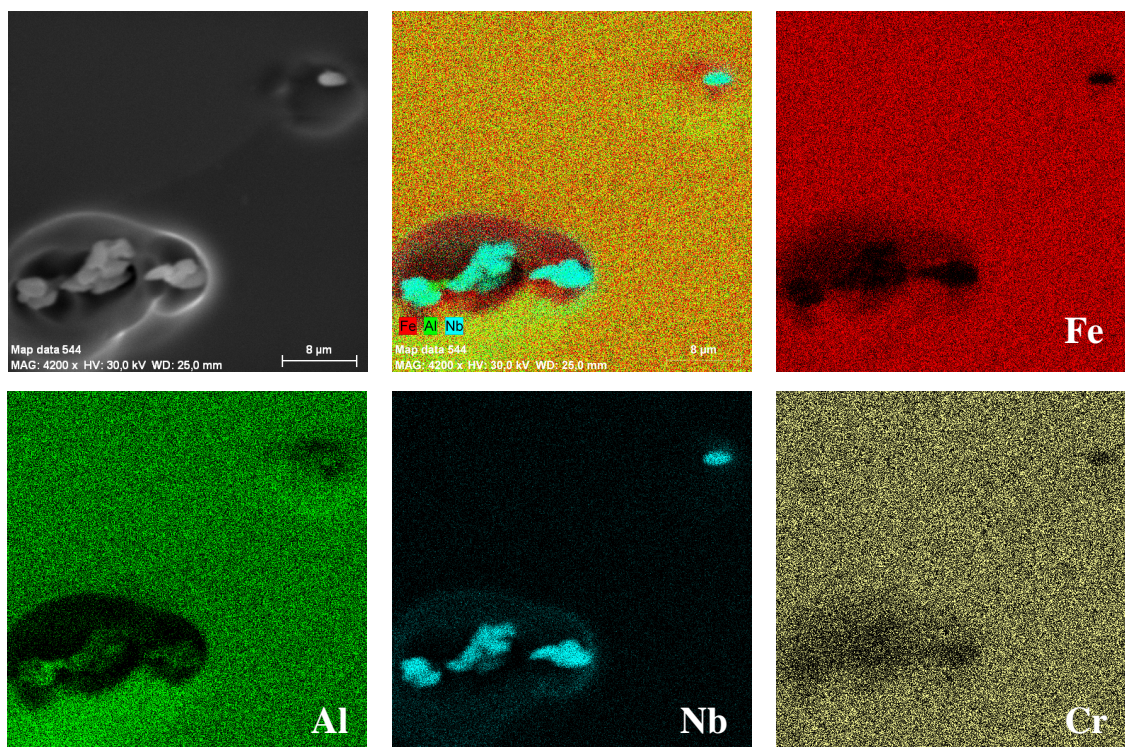


Tab. 6 – Chemické složení matrice a precipitátů materiálu 911 – Z. S.

	at. % C	at. % Al	at. % Fe	at. % Nb	at. % Cr
precipitát (bod 1 na Obr. 25)	~ 56,0	2,0	20,0	20,5	1,5
matrice (bod 2 na Obr. 25)	~ 3,0	24,0	67,0	1,5	4,5

energieově disperzní analýzou (EDX) bylo ověřeno chemické složení jak matrice, tak precipitátů. Výsledky jsou znázorněny na obrázku Obr. 25 a shrnuty v tabulce Tab. 6.

V matici materiálu bylo při bodové analýze naměřeno 4,5 at. % chromu. Většina chromu se tedy rozpustila v matici. Precipitáty jsou naopak tvořeny niob karbidy NbC. Naměřený obsah železa, hliníku a chromu v precipitátech (viz tabulka Tab. 6) je pravděpodobně způsoben ovlivněním měření okolní maticí, což vyplývá i z plošné energieově disperzní analýzy na obrázku Obr. 26, na němž je jasně patrná absence železa v precipitátech. Plošná analýza také potvrdila nízký obsah chromu v precipitátech a jeho pravidelné rozmístění v matici. Hodnota obsahu uhlíku je pouze orientační, neboť uhlík jako lehký prvek je energieově disperzní analýzou obtížně detekovatelný, a naměřené výsledky jsou tudíž zatíženy velkou chybou.

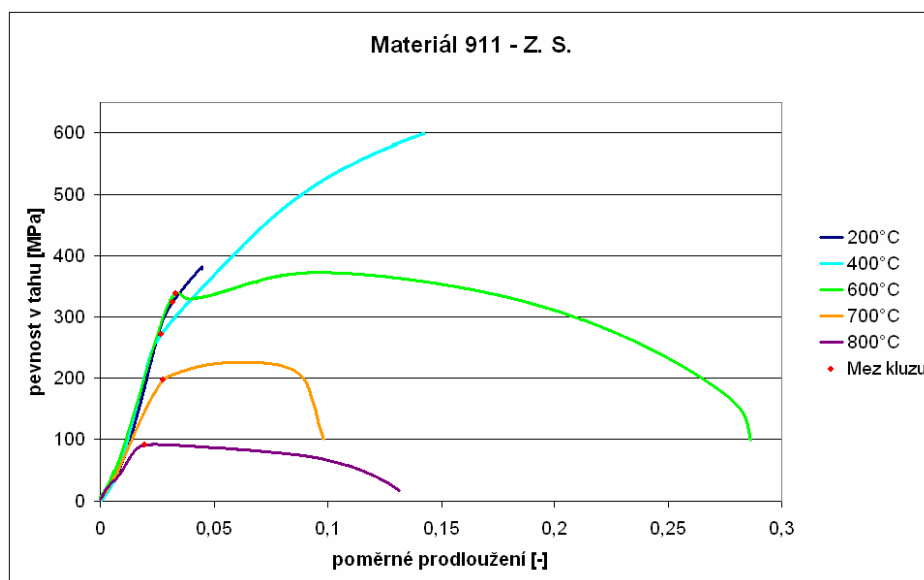


Obr. 26 – Plošná energieově disperzní analýza materiálu 911 – Z. S.

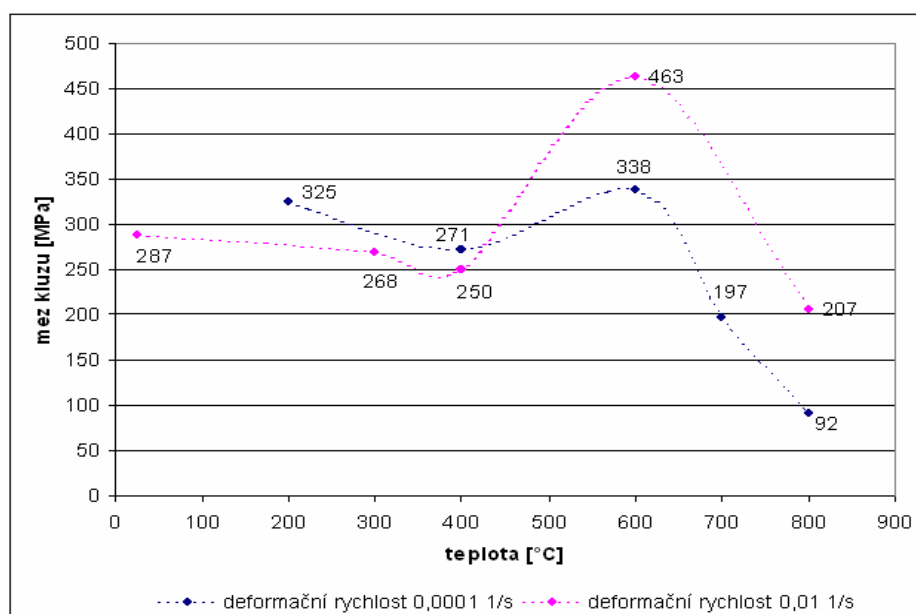


Mechanické zkoušky materiálu 911 – Z. S.

Na materiálu 911 – Z. S. se dále prováděly vysokoteplotní mechanické zkoušky. Byla zjišťována mez kluzu v tahu při různých teplotách. Průběhy tahových křivek při deformační rychlosti 10^{-4} s^{-1} jsou uvedeny v obrázku Obr. 27. Zkoušky byly prováděny při teplotách 200°C, 400°C, 600°C, 700°C a 800°C, díky čemuž bylo možné stanovit teplotní závislost meze kluzu u tohoto materiálu (viz obrázek Obr. 28 – pro srovnání je v grafu uvedena



Obr. 27 – Průběhy tahových křivek materiálu 911 – Z. S. při různých teplotách (deformační rychlost 10^{-4} s^{-1})



Obr. 28 – Teplotní závislost meze kluzu materiálu 911 – Z. S.



i křivka pro deformační rychlost 10^{-2} s^{-1}). Její průběh odpovídá průběhu naměřenému jinými autory. V oblasti okolo 400°C dochází k mírnému poklesu meze kluzu, ale od 400°C mez kluzu opět roste až do 600°C , při nichž dosahuje maxima. Při teplotách nad 600°C mez kluzu prudce klesá. Její hodnota je také závislá na rychlosti deformace, jak je patrné z obrázku Obr. 28. Zatímco při teplotách do 400°C je mez kluzu nižší při vyšší rychlosti deformace, od 400°C je naopak mez kluzu výrazně vyšší pro větší rychlost deformace.

Hodnoty mechanických vlastností zjištěné při vysokoteplotních tahových zkouškách jsou shrnuty v tabulce Tab. 7.

U materiálu 911 – Z. S. se rovněž měřila tvrdost metodou podle Vickerse při zatížení 0,5kg (HV 0,5). Výsledky měření jsou zpracovány v tabulce Tab. 8. Směrodatná odchylka měření byla stanovena ze vztahu (1):

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{10} HV_i^2}{n} - \left[\frac{\sum_{i=1}^{10} HV_i}{n} \right]^2} \quad (1)$$

Průměrná hodnota tvrdosti materiálu 911 – Z. S. byla $264 \pm 3 \text{ HV } 0,5$.

Tab. 7 – Hodnoty mechanických vlastností materiálu 911 – Z. S. zjištěné při vysokoteplotních tahových zkouškách (rychlost deformace 10^{-4} s^{-1})

teplota [$^\circ\text{C}$]	mez kluzu [MPa]	mez pevnosti [MPa]	tažnost [%]
200	325	383	4,5
400	271	599	14,4
600	338	373	41,4
700	197	226	38,1
800	92	93	13,1

Tab. 8 – Výsledky měření tvrdosti materiálu 911 – Z. S.

měření	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
tvrdost HV 0,5	264,7	266,6	262,0	265,7	263,9	263,6	260,3	257,1	269,4	267,0
průměrná tvrdost $\Phi \text{ HV } 0,5$	264									
směrodatná odchylka $s_{HV0,5}$	3									

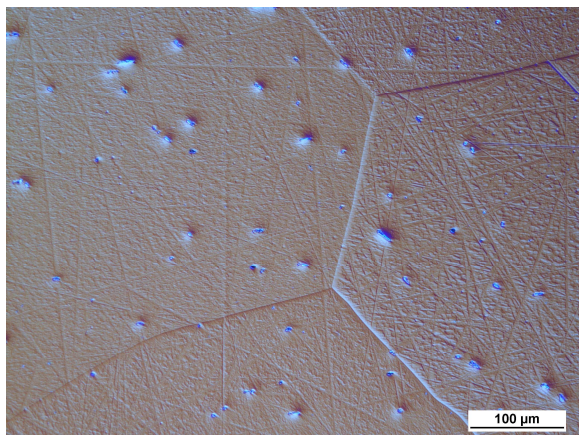


4.1.2. Materiál 911 – S. A. po krátkodobém tepelném zpracování

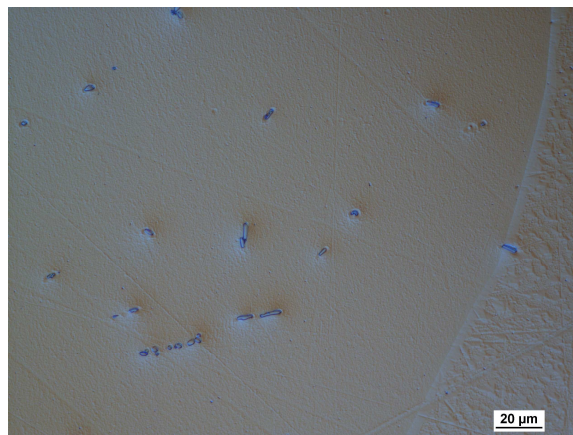
Materiál 911 – S. A. byl žíhán při teplotě 1150°C po dobu 2 hodin. Během tohoto tepelného zpracování došlo k výraznému zjemnění precipitátů a změně jejich tvaru z oválného na jehlicovitý (jehlice měly rozměry zhruba 10 x 2 μm). Precipitáty se při žíhání částečně rozpustily v matici. Struktura materiálu 911 – S. A. je zobrazena na obrázcích Obr. 29 a 30.

Bodová energiově disperzní analýza neukázala žádné významné rozdíly v chemickém složení precipitátů ani matrice oproti materiálu 911 – Z. S.

Obdobně jako na materiálu v základním stavu bylo i na vzorku 911 – S. A. provedeno měření tvrdosti metodou podle Vickerse (HV 0,5). Naměřená data jsou shrnuta v tabulce Tab. 9. Průměrná tvrdost vyžíhaného materiálu 911 – S. A. činila 281 ± 5 HV 0,5. Toto zvýšení tvrdosti ve srovnání s materiálem 911 – Z. S. lze přisoudit tomu, že část precipitátů se rozpustila v matici a zpevnila ji tak prostřednictvím tuhého roztoku.



Obr. 29 – Struktura materiálu 911 – S. A.
zvětšeno 200x, nelepáno



Obr. 30 – Struktura materiálu 911 – S. A.
zvětšeno 500x, nelepáno

Tab. 9 – Výsledky měření tvrdosti materiálu 911 – S. A.

měření	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
tvrdost HV 0,5	290,7	277,7	279,2	288,3	277,8	278,1	282,2	279,5	276,0	280,3
průměrná tvrdost Φ HV 0,5	281									
směrodatná odchylka $S_{HV0,5}$	5									

4.1.3. Materiál 911 – L. A. po dlouhodobém tepelném zpracování

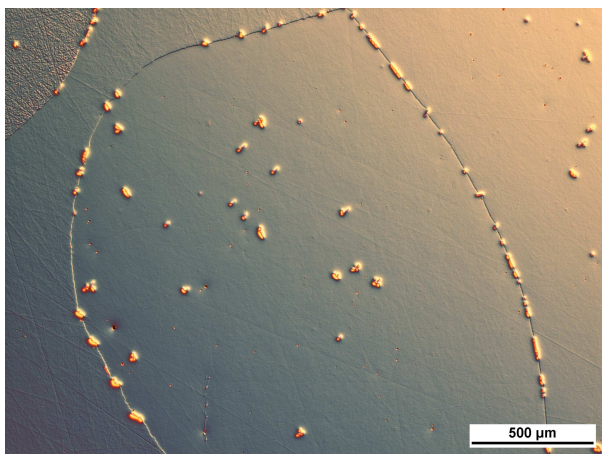
Materiál 911 – L. A. byl žhán při teplotě 1400°C po dobu 100 hodin. Dlouhodobé žhání za vysokých teplot prokázalo výrazně pozitivní vliv chromu na vysokoteplotní stabilitu aluminidů železa. Po tepelném zpracování 1400°C/100 hod zůstal zkušební vzorek 911 tvarově nezměněn. Pro porovnání bylo stejné tepelné zpracování prováděno také na materiálu bez přídavku chromu (vzorek 909 *as received*) a na materiálu Fe – 28,42Al – 4,52C – 3,39Cr – 0,23Zr – 0,19Ni, v němž chrom přítomen byl, ale v perovskitické fázi. Oba srovnávací vzorky se však zcela spekly a u materiálu 909 *as received* došlo dokonce k úplné ztrátě konzistence. Stav vzorků po dlouhodobém žhání za vysokých teplot je zachycen na obrázku Obr. 31.

Struktura materiálu 911 – L. A. je zachycena na obrázcích Obr. 32, 33, 34 a 35. Při vysoké teplotě došlo k rekrytalizaci materiálu. Nově vzniklá struktura je silně hrubozrnná (velikost zrn se pohybuje v řádech jednotek milimetrů) se zvlněnými hranicemi zrn, podél nichž precipitovaly částice NbC. V některých místech materiálu však byla hranice zrn fixována na vznikajících částicích, což je dobře patrné z detailu na obrázku Obr. 35. Většina precipitátů se při dlouhodobém žhání rozpustila v matici (pro porovnání viz obrázky Obr. 23 – 911 – Z. S. a Obr. 33 – 911 – L. A., příp. obrázky Obr. 24 a 34). Zbylé precipitáty mají jehlicovitý tvar s rozměry 30 x 4 μm a jsou rozmístěny jak v ploše zrn, tak i po jejich hranicích, což je vidět z obrázku Obr. 32.

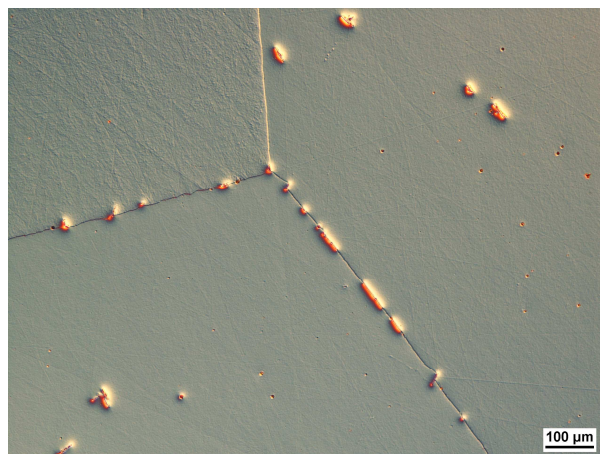
Vzorek 911 – L. A. byl zkoumán také na rastrovacím elektronovém mikroskopu (REM) a byl podroben EDX analýze, při níž bylo zjištěno, že v matici materiálu se vyskytují dva rozdílné druhy precipitátů- jednak hrubší jehlicovité částice popsané výše, a jednak drobné částice patrné pouze při větších zvětšeních, které byly přítomny v celé ploše zrn i na jejich



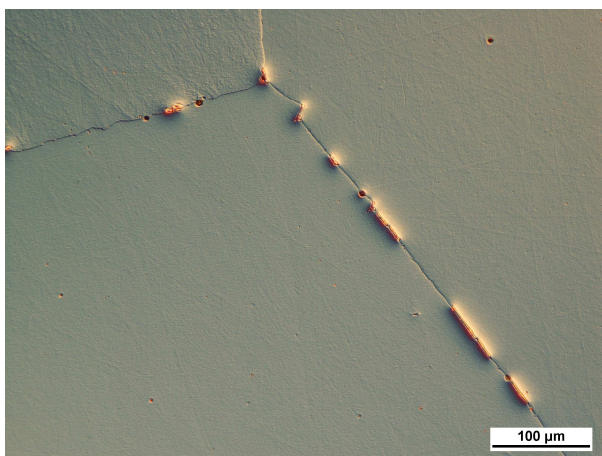
Obr. 31 – Stav vzorků po dlouhodobém žhání za vysokých teplot (1400°C/100 hod)
zleva materiály: Fe – 28,42Al – 4,52C – 3,39Cr – 0,23Zr – 0,19Ni, 911 – L. A.,
909 *as received* – žháný



Obr. 32 – Struktura materiálu 911 – L. A.
zvětšeno 50x, neleptáno



Obr. 33 – Struktura materiálu 911 – L. A.
zvětšeno 100x, neleptáno

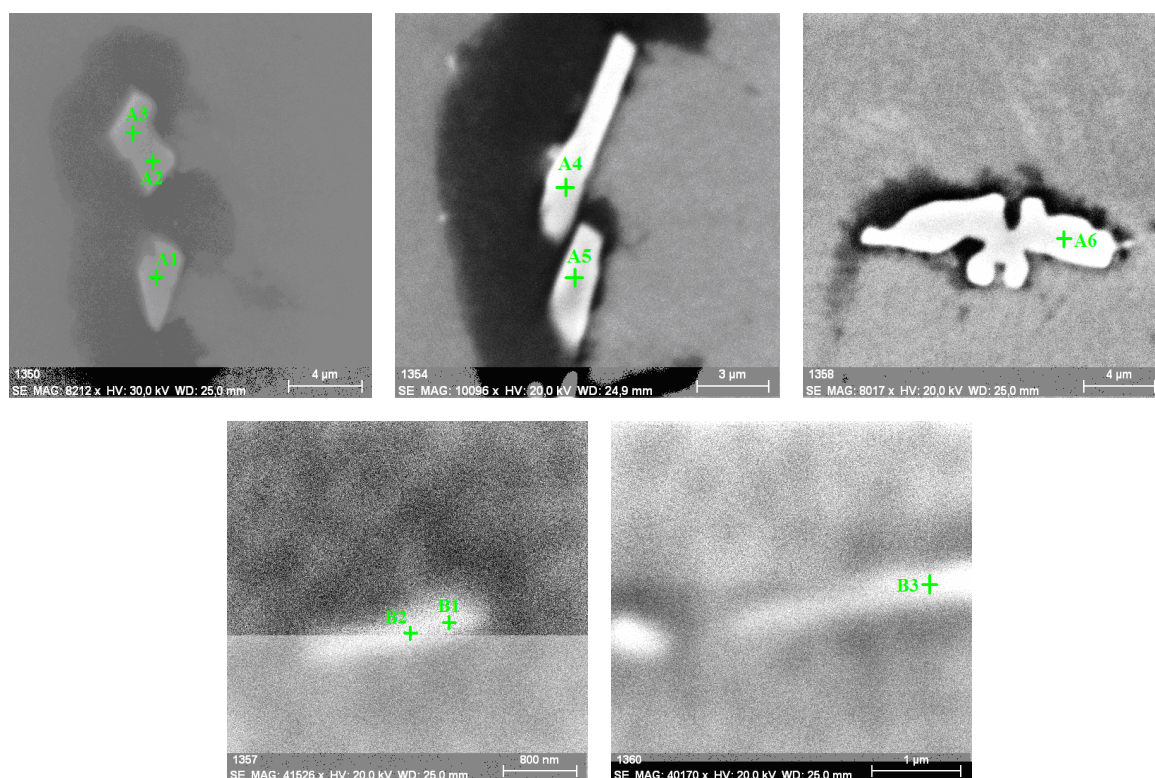


Obr. 34 – Struktura materiálu 911 – L. A.
zvětšeno 200x, neleptáno



Obr. 35 – Struktura materiálu 911 – L. A.
zvětšeno 500x, neleptáno

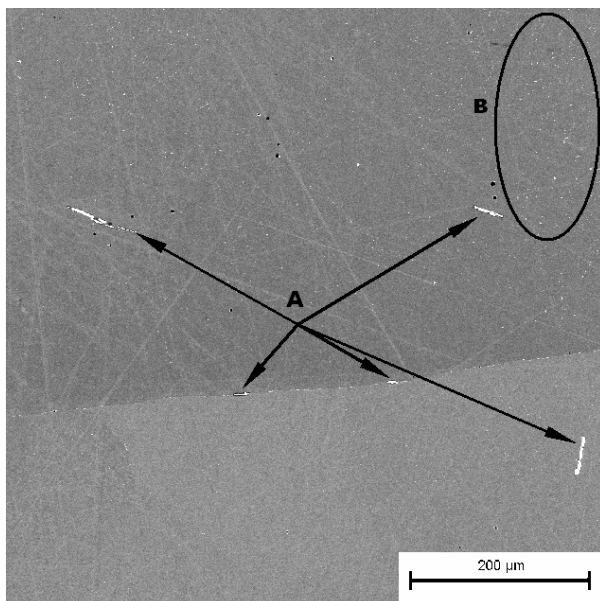
hranicích, jak je vidět z obrázku Obr. 37 a 38. Snímky 37 a 38 byly pořízeny na REM za použití detektoru zpětně odražených elektronů (BSE detector) a při urychlovacím napětí 20 kV. Zkoumané částice jsou zobrazeny na obrázku Obr. 36 a chemické složení obou typů precipitátů je uvedeno v tabulce Tab. 10. Hrubší precipitáty (označené jako typ „A“) byly pomocí EDX analýzy identifikovány jako NbC. Drobné částice rozptýlené v celém objemu materiálu (označené jako typ „B“) se svým chemickým složením od částic typu „A“ odlišovaly. To může být vysvětleno buď tím, že díky velmi malým rozměrům částic bylo měření silně ovlivněno okolní maticí (tuto domněnku by podporoval vysoký obsah naměřeného chromu, který by měl být beze zbytku rozpuštěn v matici), nebo tím, že částice „B“ mají jiné chemické složení. Pro druhou variantu hovoří značné rozdíly v naměřených obsazích niobu v částicích „A“ a „B“. Pro posouzení těchto hypotéz by bylo nutné vzorek otestovat např. rentgenovou nebo elektronovou difrakcí.



Obr. 36 – Lokalizace bodové EDX analýzy na precipitátech v materiálu 911 – L. A.

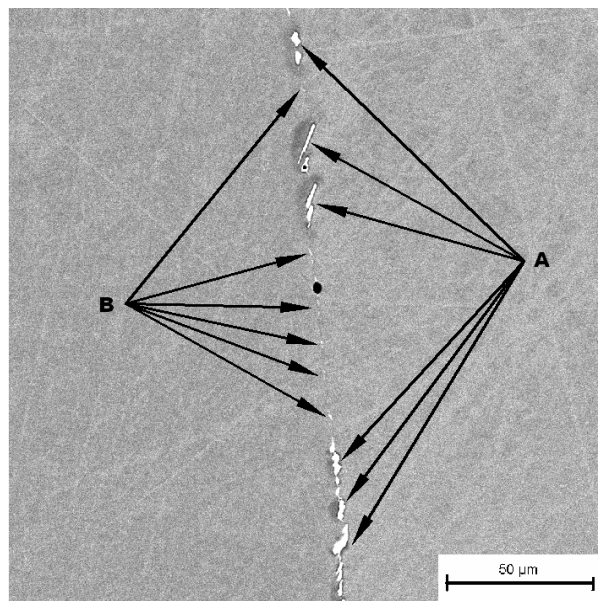
Tab. 10 – Chemické složení precipitátů materiálu 911 – L. A. zjištěné bodovou energiově disperzní analýzou

	at. % C	at. % Al	at. % Fe	at. % Nb	at. % Cr
částice typu „A“ – 1 (bod A1 na Obr. 36)	~ 21,0	1,5	8,0	68,5	1,0
částice typu „A“ – 2 (bod A2 na Obr. 36)	~ 20,0	3,0	9,0	67,0	1,0
částice typu „A“ – 3 (bod A3 na Obr. 36)	~ 21,0	1,0	7,0	70,5	0,5
částice typu „A“ – 4 (bod A4 na Obr. 36)	~ 21,0	1,0	6,0	71,0	1,0
částice typu „A“ – 5 (bod A5 na Obr. 36)	~ 15,0	5,5	7,0	71,5	1,0
částice typu „A“ – 6 (bod A6 na Obr. 36)	~ 23,0	0,5	5,5	71,0	0,0
průměrné chemické složení částic typu „A“	~ 20,1 ± 2,5	2,1 ± 1,7	7,1 ± 1,2	69,9 ± 1,6	0,8 ± 0,4
částice typu „B“ – 1 (bod B1 na Obr. 36)	~ 7,0	15,5	67,0	6,0	4,5
částice typu „B“ – 2 (bod B2 na Obr. 36)	~ 6,5	18,0	64,5	6,0	5,0
částice typu „B“ – 3 (bod B3 na Obr. 36)	~ 7,0	15,5	64,0	9,0	4,5
průměrné chemické složení částic typu „B“	~ 6,8 ± 0,2	16,3 ± 1,2	65,2 ± 1,3	7,0 ± 1,4	4,7 ± 0,2



Obr. 37 – Struktura materiálu 911 – L. A. z REM, neleptáno

Precipitáty označené „A“ byly identifikovány jako NbC. Drobné částice „B“, které jsou dobře patrné zejména v pravém horním rohu snímku, se od částic „A“ svým chemickým složením dle EDX analýzy odlišují.



Obr. 38 – Detail struktury 911 – L. A. z REM, neleptáno

„A“ – precipitáty NbC
„B“ – drobné precipitáty s chemickým složením odlišným od částic typu „A“ (dle EDX analýzy)

U vzorku 911 – L. A. se dále stanovovala tvrdost. Výsledky měření jsou shrnuty v tabulce Tab. 11. Průměrná tvrdost činila 286 ± 1 HV 0,5. Měření neprokázalo žádné výrazné zvýšení tvrdosti oproti krátkodobě žíhaným vzorkům 911 – S. A. Všechn chróm se tedy rozpustil v matici již při žíhání na 1150°C po dobu 2 hodin, a další zpevnění slitiny prostřednictvím tuhého roztoku tudíž nebylo při neměnném obsahu chromu možné. Dlouhodobé žíhání za vysokých teplot mělo vliv pouze na homogenitu struktury. Materiál 911 – L. A. je homogennější než 911 – S. A., což je patrné z menšího rozptylu naměřených tvrdostí.

Tab. 11 – Výsledky měření tvrdosti materiálu 911 – L. A.

měření	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
tvrdost HV 0,5	285,8	285,4	286,5	287,0	287,9	286,7	285,4	285,5	286,1	287,7
průměrná tvrdost Φ HV 0,5	286									
směrodatná odchylka $S_{HV0,5}$	1									



4.2. Materiál 907

Materiál 907 je legován 1,2 at. % Nb a 0,2 at. % C. Jednotlivé vzorky se od sebe odlišují následným tepelným zpracováním.

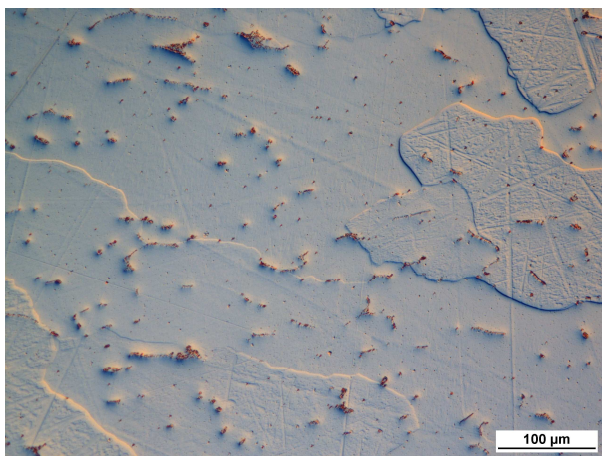
4.2.1. Materiál 907 as received

Analýza struktury materiálu 907 as received

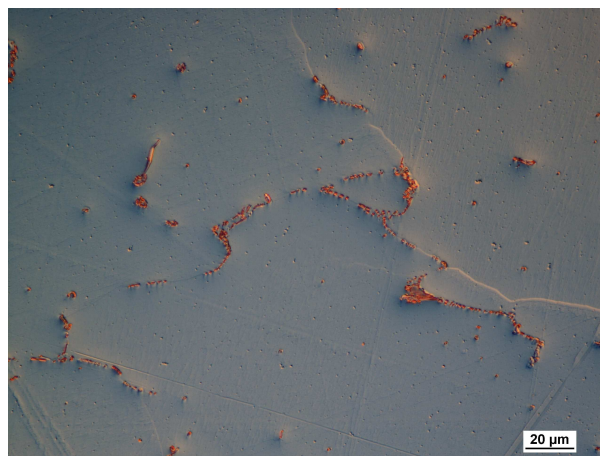
Vzorky označené *907 as received* jsou ve stavu po válcování na teplotě 1200°C na tloušťku 11 mm bez následného tepelného zpracování. Struktura materiálu je zachycena prostřednictvím světelné optické mikroskopie (LOM) na obrázcích Obr. 39 a 40.

Matrice je tvořena nepravidelnými zrny o velikosti okolo 400 μm , v nichž jsou v celém objemu rovnoměrně rozloženy částice precipitátů. V některých oblastech částice precipitovaly přednostně po hranicích zrn (viz obrázek Obr. 40). Tvar precipitátů je oválný až jehlicovitý o rozměrech v průměru 3 x 1 μm .

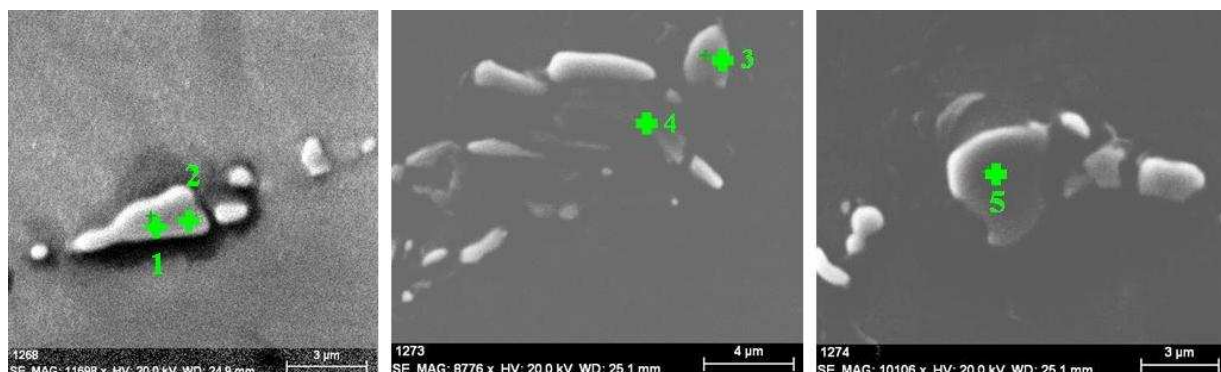
Materiál *907 as received* byl podroben energiově disperzní analýze (EDX), která poskytla orientační informace o chemickém složení vzorků. Byly testovány precipitáty v různých místech vzorku (viz obrázek Obr. 41) a výsledky, shrnuté v tabulce Tab. 12, ukazují, že se jedná ve všech případech o precipitáty téhož druhu. Z výsledků EDX lze usoudit, že precipitáty jsou tvořeny Lavesovou fází $(\text{Fe,Al})_2\text{Nb}$, což je v souladu s výsledky výzkumů, popsanými v kapitole 2.6. teoretické části práce. Odchylka v množství niobu v precipitátech 1 a 4 je pravděpodobně způsobena ovlivněním měření maticí.



Obr. 39 – Struktura materiálu 907 as received
zvětšeno 200x, neleptáno



Obr. 40 – Struktura materiálu 907 as received
zvětšeno 500x, neleptáno



Obr. 41 – Lokalizace bodové EDX analýzy na precipitátech v materiálu 907 as received

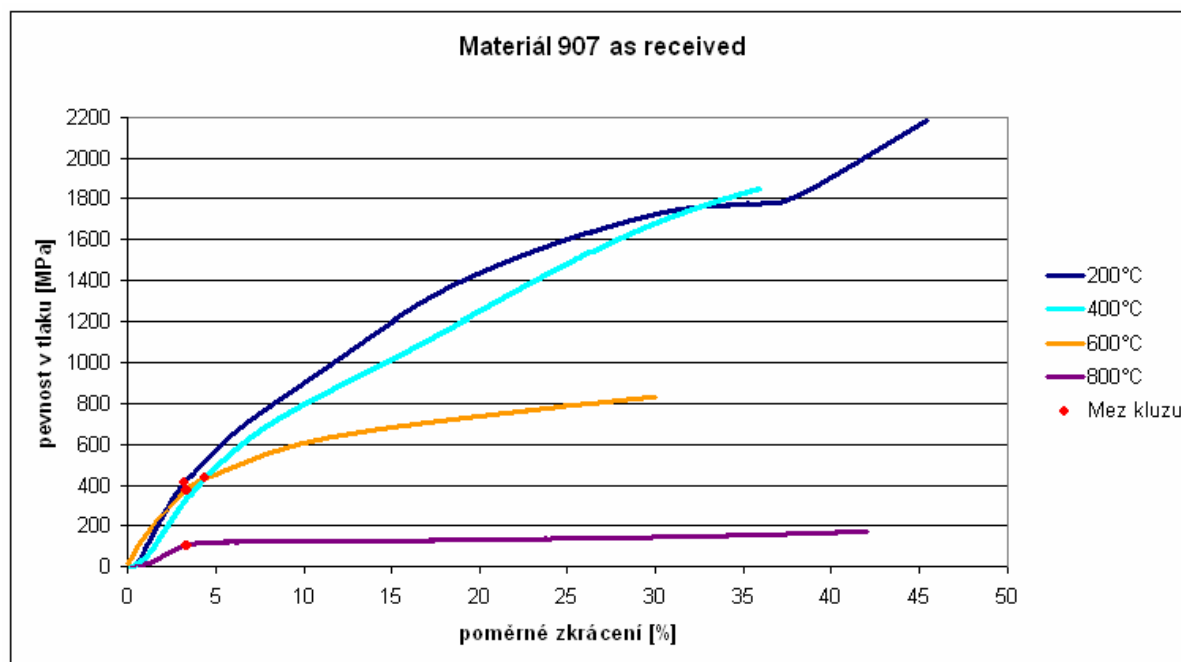
Tab. 12 – Chemické složení precipitátů materiálu 907 as received zjištěné bodovou energiově disperzní analýzou

	at. % C	at. % Al	at. % Fe	at. % Nb
precipitát 1 (bod 1 na Obr. 41)	méně než 15	14,0	60,0	17,5
precipitát 2 (bod 2 na Obr. 41)	méně než 15	12,0	46,0	26,5
precipitát 3 (bod 3 na Obr. 41)	méně než 15	12,0	46,5	27,0
precipitát 4 (bod 4 na Obr. 41)	méně než 15	11,5	56,0	21,5
precipitát 5 (bod 5 na Obr. 41)	méně než 15	17,5	48,0	27,0
průměrné chemické složení precipitátů	méně než 15	13,4 ± 2,2	51,3 ± 5,7	23,9 ± 3,8

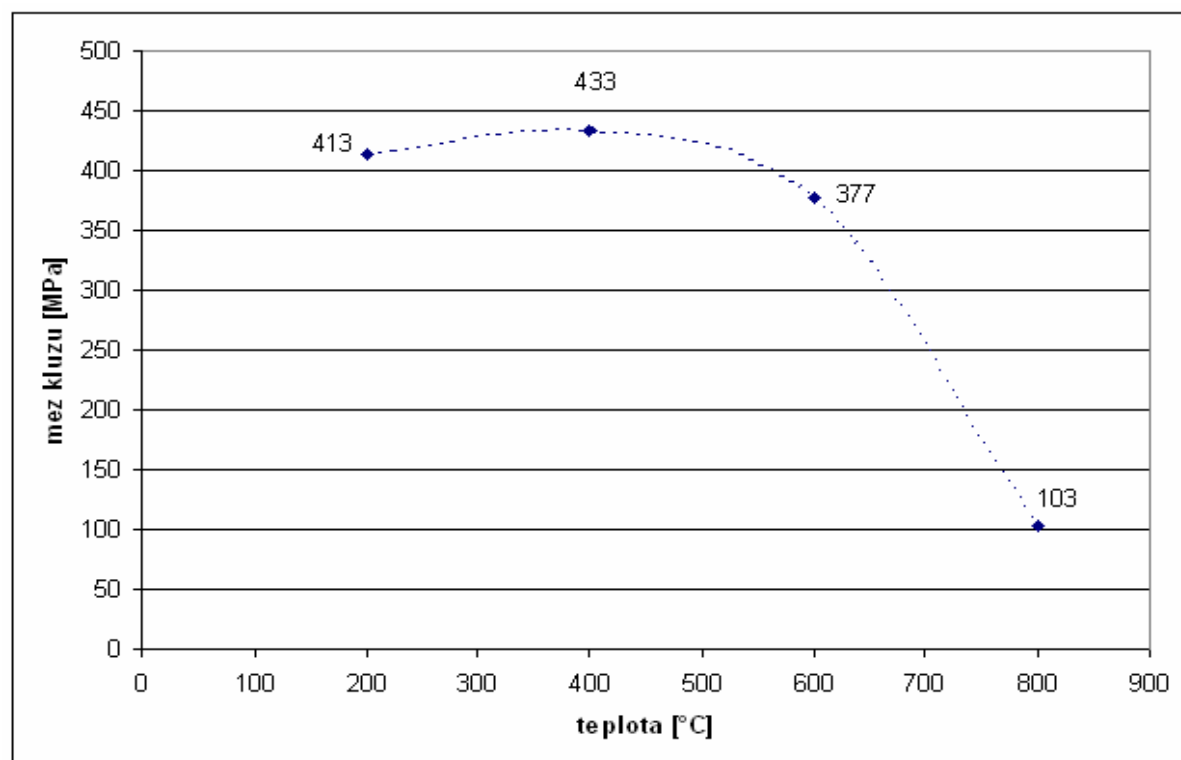
Vysokoteplotní mechanické zkoušky materiálu 907 as received

U materiálu 907 as received byly testovány také vysokoteplotní mechanické vlastnosti. Stanovovala se mez kluzu v tlaku při deformační rychlosti 10^{-4} s^{-1} . Zkušebními vzorky byly kvádry o rozměrech 5x5x8 mm (viz obrázek Obr. 22), které se zkoušely při teplotách 200°C, 400°C, 600°C a 800°C. Naměřené průběhy tlakových křivek jsou zachyceny na obrázku Obr. 42. Na obrázku Obr. 43 je potom znázorněna teplotní závislost meze kluzu v tlaku tohoto materiálu. Z obrázku Obr. 43 je patrné, že materiál 907 as received vykazuje anomálii meze kluzu v oblasti okolo 500°C, kde dochází k mírnému zvýšení hodnoty meze kluzu. Od 600°C se však mez kluzu výrazně snižuje.

Veškeré hodnoty mechanických vlastností zjištěné při vysokoteplotních tlakových zkouškách materiálu 907 as received jsou shrnuty v tabulce Tab. 13.



Obr. 42 – Průběhy tlakových křivek materiálu 907 as received při různých teplotách (deformační rychlost 10^{-4} s^{-1})



Obr. 43 – Teplotní závislost meze kluzu materiálu 907 as received

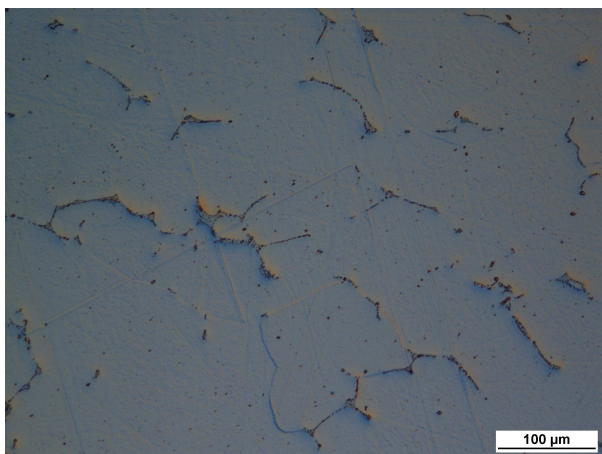


Tab. 13 – Hodnoty mechanických vlastností materiálu 907 as received zjištěné při vysokoteplotních tlakových zkouškách (rychlost deformace 10^{-4} s^{-1})

teplota [°C]	mez kluzu [MPa]	mez pevnosti [MPa]	tažnost [%]
200	413	2186	45,5
400	433	1850	35,9
600	377	834	29,9
800	103	172	42,0

4.2.2. Materiál 907Z

Vzorky označené 907Z jsou ve stavu po tepelném zpracování – žíhání při teplotě 1000°C po dobu 1 hodiny. Během žíhání se v matici rozpustila většina precipitátů, které byly v materiálu 907 as received přítomny uvnitř zrn. Precipitáty na hranicích zrn zůstaly naopak nerozpuštěné, jak dokumentují obrázky Obr. 44 a 45, zachycující strukturu materiálu 907Z.



Obr. 44 – Struktura materiálu 907Z
zvětšeno 200x, nelepáno



Obr. 45 – Struktura materiálu 907Z
zvětšeno 500x, nelepáno

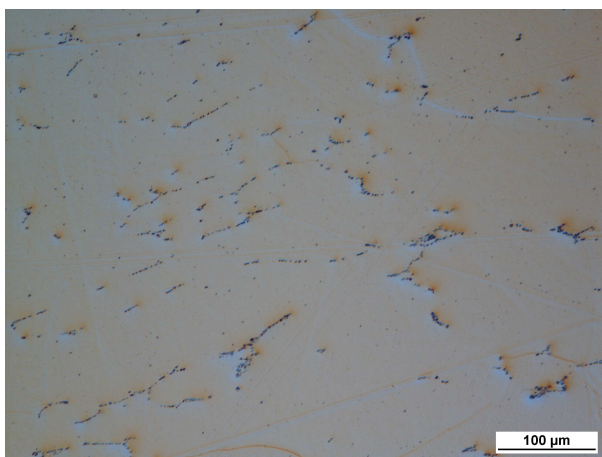
4.2.3. Materiál 907Y

Analýza struktury materiálu 907Y

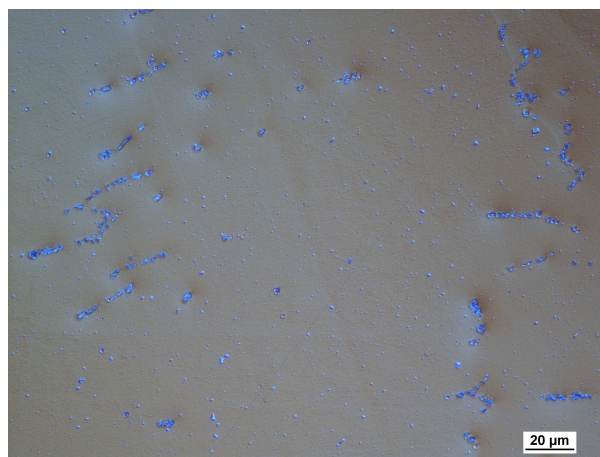
Vzorky označené 907Y byly žíhány při teplotě 1150°C po dobu 1 hodiny, resp. 2 hodin pro následné vysokoteplotní mechanické zkoušky. Struktura vyžíhaného materiálu 907Y je zobrazena na obrázcích Obr. 46 a 47.



V matici jsou pravidelně distribuovány shluky hrubších precipitátů o rozměrech $3 \times 1 \mu\text{m}$, které se vyskytují většinou po hranicích zrn. Při větších zvětšeních je však patrné, že v celém objemu zrn jsou přítomny jemné globule precipitátů o průměru $0,7 \div 0,9 \mu\text{m}$ (viz obrázek Obr. 47).



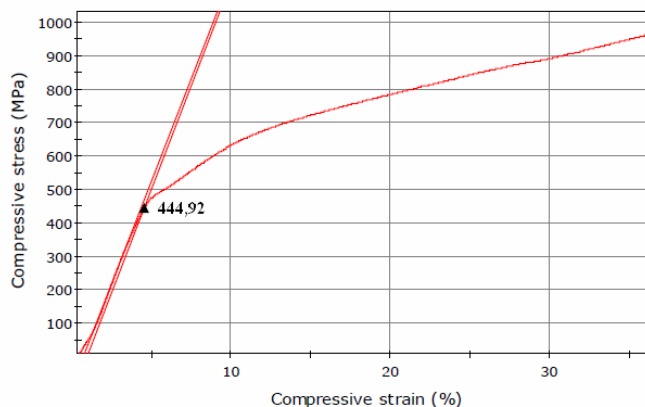
Obr. 46 – Struktura materiálu 907Y
zvětšeno 200x, neleptáno



Obr. 47 – Struktura materiálu 907Y
zvětšeno 500x, neleptáno

Vysokoteplotní mechanické zkoušky materiálu 907Y

Na materiálu 907Y se zkoušely vysokoteplotní mechanické vlastnosti při 600°C (viz obrázek Obr. 48). Výsledky tlakové zkoušky ukázaly pozitivní vliv vyžhání materiálu na vysokoteplotní mechanické vlastnosti. Srovnání těchto vlastností materiálů 907 *as received* a 907Y při 600°C a průběhy tlakových křivek pro oba materiály při 600°C a deformační rychlosti 10^{-4} s^{-1} jsou uvedeny v diskusi výsledků (viz tabulka Tab. 18 a obrázek Obr. 80).



Obr. 48 – Záznam průběhu tlakové křivky ze zkušebního stroje Instron model 1186 pro materiál 907Y při 600°C



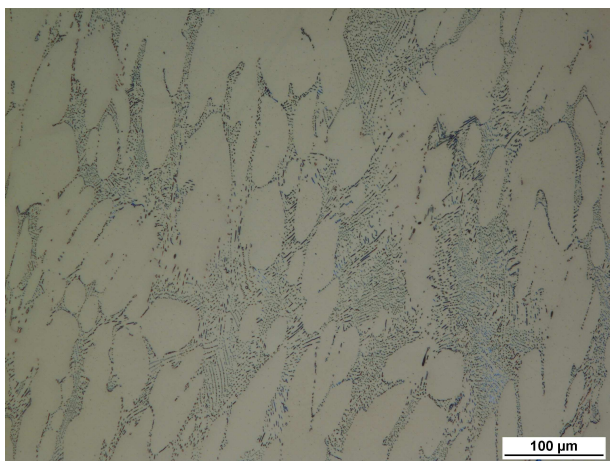
4.3. Materiál 909

Materiál 909 se od materiálu 907 liší obsahem uhlíku- je legován 1,1 at. % Nb a 0,8 at. % C. Jednotlivé vzorky 909 byly poté tepelně zpracovány při různých teplotách.

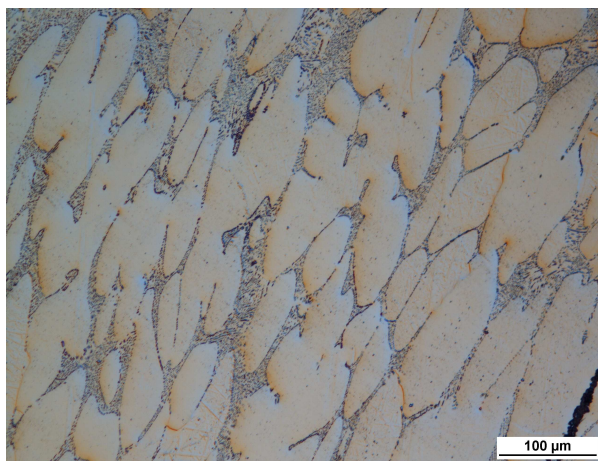
4.3.1. Materiál 909 as received

Analýza struktury materiálu 909 as received

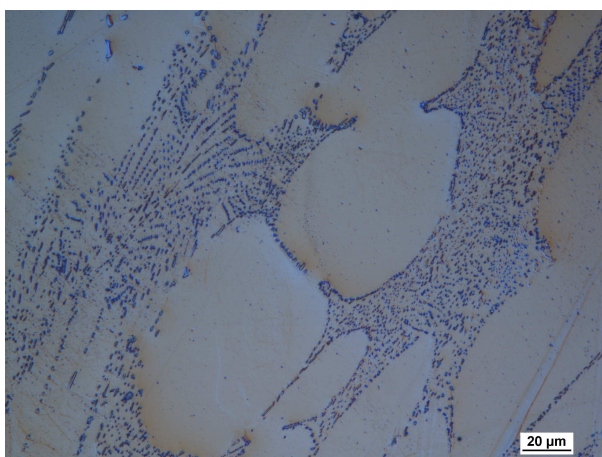
Vzorky *909 as received* jsou v základním stavu po válcování na teplotě 1200°C na tloušťku 11 mm. Tepelné zpracování u těchto vzorků nebylo provedeno. Struktura materiálu *909 as received*, zkoumaná pomocí světelného optického mikroskopu, je zobrazena na obrázcích Obr. 49, 50 a 51. Detail struktury, pořízený na rastrovacím elektronovém



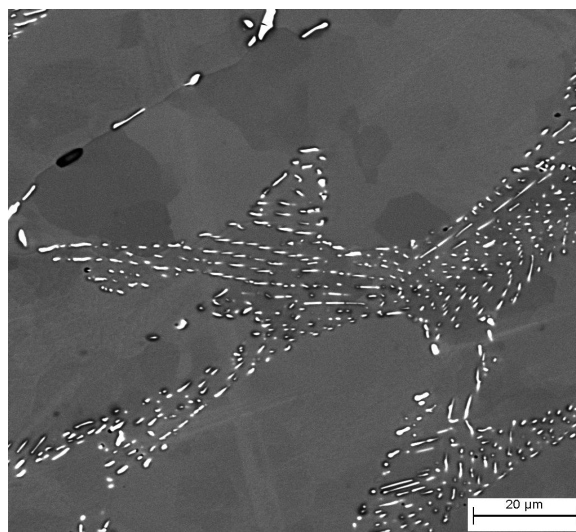
Obr. 49 – Struktura materiálu 909 as received
zvětšeno 200x, neleptáno



Obr. 50 – Struktura materiálu 909 as received
zvětšeno 200x, neleptáno



Obr. 51 – Struktura materiálu 909 as received
zvětšeno 500x, neleptáno



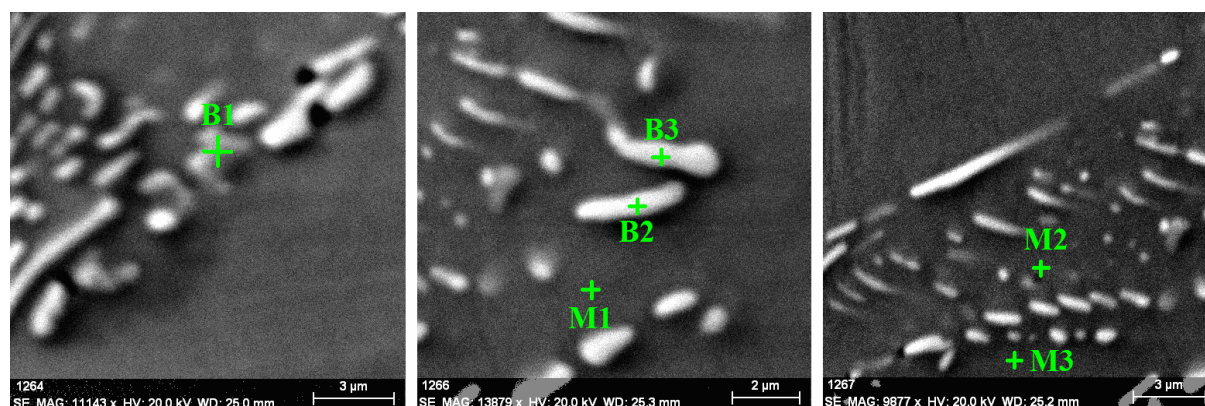
Obr. 52 – Detail struktury materiálu 909 as
received z REM, leptadlo KFM I



mikroskopu (REM) za použití detektoru zpětně odražených elektronů (BSE detector) a při urychlovacím napětí 20kV, je zachycen na obrázku Obr. 52.

Při vyšším obsahu uhlíku vznikaly v matrici dendritické oblasti o rozměrech zhruba 50 x 100 μm , mezi nimiž zůstávalo eutektikum, tvořené shluky jemných částic, které měly oválný až jehlicovitý tvar a velikost přibližně 0,7 x 1,5 μm .

Orientační kontrola chemického složení materiálu *909 as received* byla provedena pomocí energiově disperzní analýzy (EDX) – viz obrázek Obr. 53. Výsledky měření jsou zaznamenány v tabulce Tab. 14. Kolísání obsahu niobu v částicích je způsobeno algoritmem, který EDX používá pro výpočet procentuálního zastoupení jednotlivých prvků. Uhlík jako



Obr. 53 – Lokalizace bodové EDX analýzy na precipitátech v materiálu 909 as received

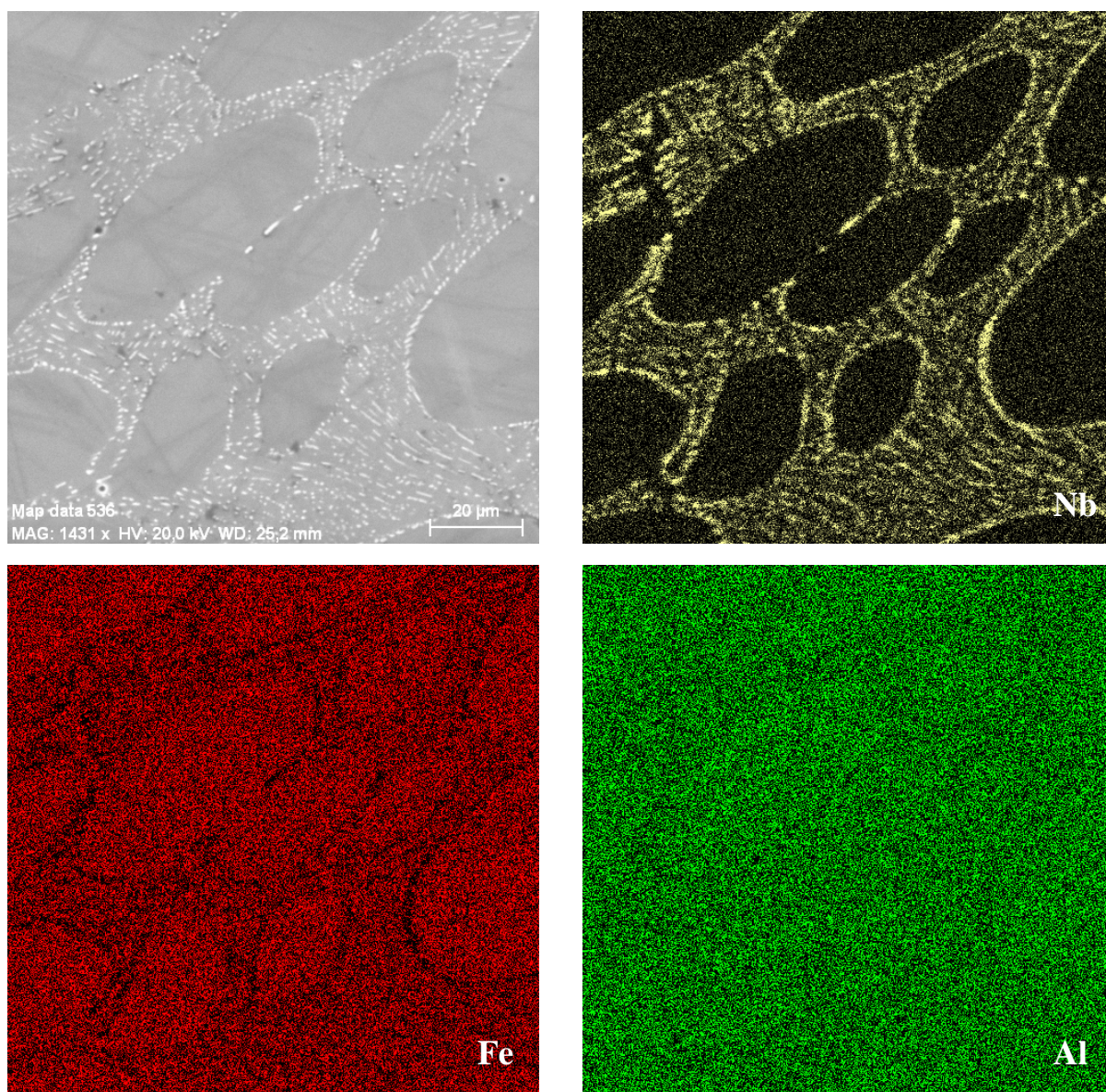
Tab. 14 – Chemické složení precipitátů materiálu 909 as received zjištěné bodovou energiově disperzní analýzou

	at. % C	at. % Al	at. % Fe	at. % Nb
částice 1 (bod B1 na Obr. 53)	méně než 10	8,0	43,0	39,5
částice 2 (bod B2 na Obr. 53)	méně než 15	10,5	46,5	29,0
částice 3 (bod B3 na Obr. 53)	méně než 20	10,5	48,0	21,5
průměrné chemické složení částic	méně než 15	9,7 ± 0,9	45,8 ± 2,7	30,0 ± 7,4
matrice 1 (bod M1 na Obr. 53)	méně než 10	22,0	69,0	0,5
matrice 2 (bod M2 na Obr. 53)	méně než 10	23,0	68,5	0,5
matrice 3 (bod M3 na Obr. 53)	méně než 10	22,0	69,5	0,5
průměrné chemické složení matrice	méně než 10	22,3 ± 1,3	69,0 ± 0,4	0,5 ± 0,0



lehký prvek je pomocí EDX analýzy obtížně detekovatelný, a výsledky měření C proto kolísají v širokém rozmezí. Množství niobu se pak dopočítává jako doplněk do 100%, vyhodnotí-li se tedy při EDX analýze větší množství uhlíku, klesá obsah niobu a opačně.

Z EDX analýzy vyplývá, že částice obsahují přibližně 30 at. % niobu a zbytek hliníku a železa. Budou tedy pravděpodobně tvořeny stejně jako v případě materiálu 907 Lavesovou fází $(\text{Fe,Al})_2\text{Nb}$. Matrice je typu Fe_3Al a je v ní rozpuštěna menší část niobu. Přítomnost železa a hliníku v částicích a menšího množství niobu v matici potvrdila také plošná energiově disperzní analýza (viz obrázek Obr. 54).

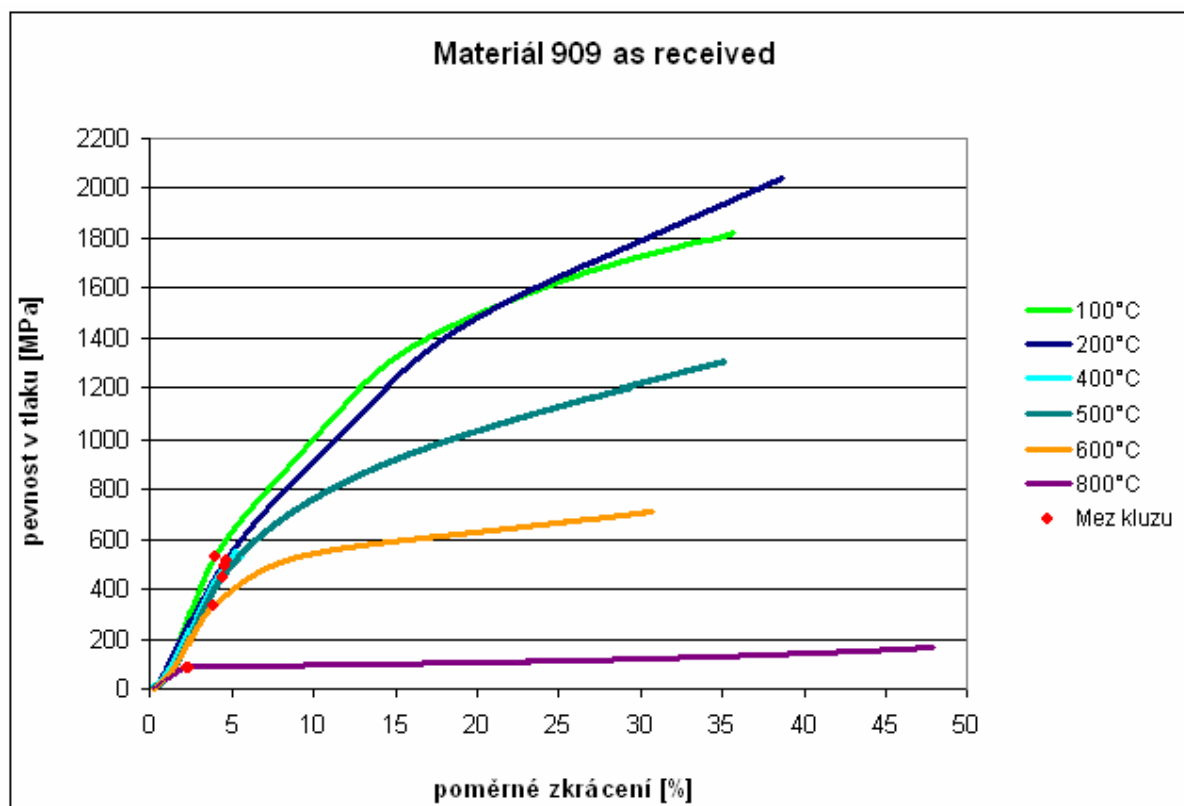


Obr. 54 – Plošná energiově disperzní analýza materiálu 909 as received



Vysokoteplotní mechanické zkoušky materiálu 909 as received

Obdobně jako v případě materiálu 907 *as received* byly také u vzorků 909 *as received* zjišťovány vysokoteplotní mechanické vlastnosti. Stanovovala se zejména mez kluzu v tlaku při deformační rychlosti 10^{-4} s^{-1} a teplotách 100°C, 200°C, 400°C, 500°C, 600°C a 800°C. Průběhy tlakových křivek materiálu 909 *as received* jsou zachyceny na obrázku Obr. 55 a hodnoty všech mechanických vlastností naměřených při vysokoteplotních testech jsou uvedeny v tabulce Tab. 15.



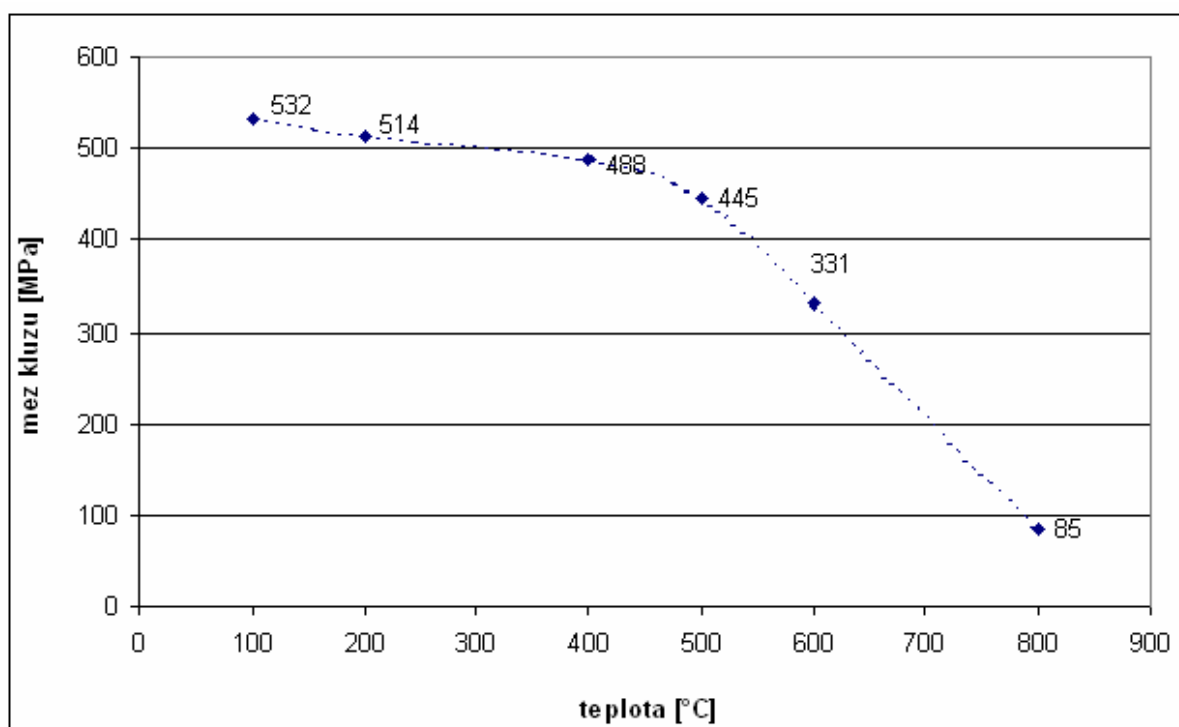
Obr. 55 – Průběhy tlakových křivek materiálu 909 *as received* při různých teplotách (deformační rychlost 10^{-4} s^{-1})

Tab. 15 – Hodnoty mechanických vlastností materiálu 909 *as received* zjištěné při vysokoteplotních tlakových zkouškách (rychlost deformace 10^{-4} s^{-1})

teplota [°C]	mez kluzu [MPa]	mez pevnosti [MPa]	tažnost [%]
100	532	2041	40,6
200	514	1819	35,6
400	488	550	5,6
500	445	1304	35,1
600	331	711	30,7
800	85	166	47,9



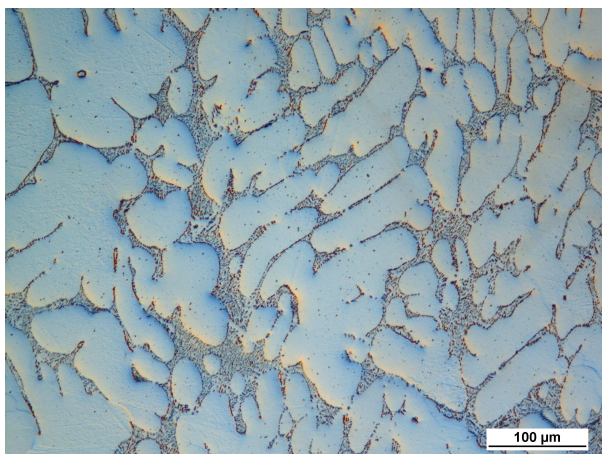
Na obrázku Obr. 56 je zakreslena teplotní závislost meze kluzu v tlaku materiálu 909 *as received*. Z grafu je patrné, že v případě těchto vzorků nebyla u materiálu se zvýšeným obsahem uhlíku potvrzena výrazná anomálie meze kluzu v oblasti okolo 500°C, jak je popsáno např. v článku [13] (viz obrázek Obr. 15). Anomálie meze kluzu zde zcela chybí a průběh křivky závislosti meze kluzu na teplotě má s rostoucí teplotou monotónně klesající charakter.



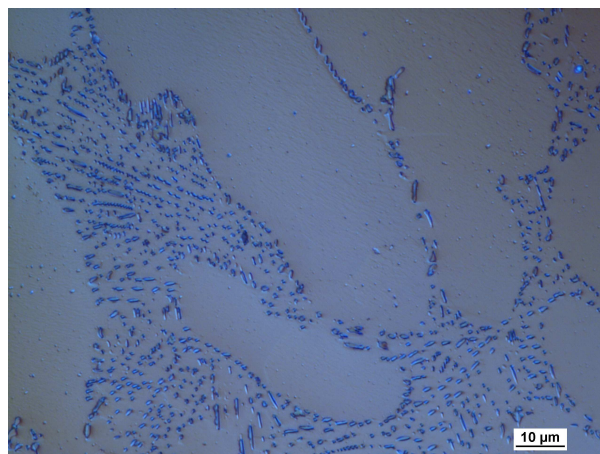
Obr. 56 – Teplotní závislost meze kluzu materiálu 909 *as received*

4.3.2. Materiál 909Z

Vzorky označené jako 909Z byly žíhány při teplotě 1000°C po dobu 1 hodiny. V průběhu žíhání nedošlo k žádným výrazným mikrostrukturním změnám. Tvar i rozměry dendritů zůstaly nezměněné, stejně jako rozložení eutektika mezi dendrity a velikost jednotlivých částic. Struktura materiálu 909Z je zobrazena na obrázcích Obr. 57 a 58.



*Obr. 57 – Struktura materiálu 909Z
zvětšeno 200x, neleptáno*

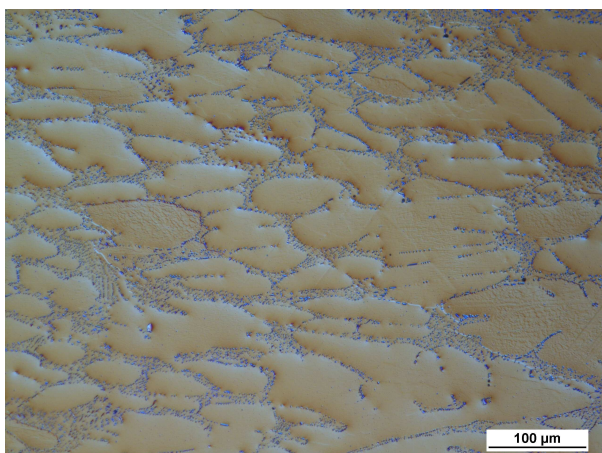


*Obr. 58 – Struktura materiálu 909Z
zvětšeno 1000x, neleptáno*

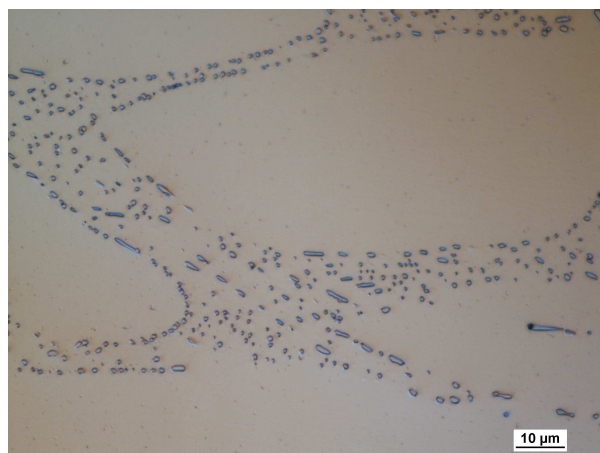
4.3.3. Materiál 909Y

Analýza struktury materiálu 909Y

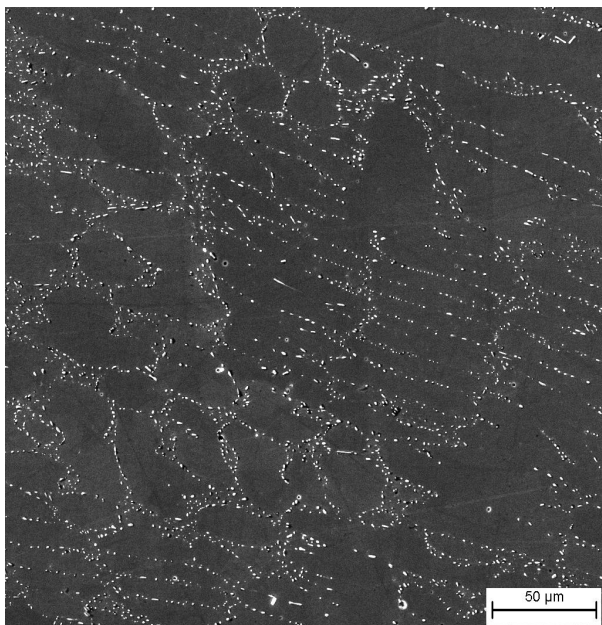
Vzorky s označením 909Y byly vyžíhány při teplotě 1150°C po dobu 1 hodiny. Materiál, z něhož se vyráběly kvádry pro vysokoteplotní mechanické zkoušky byl žíhán 2 hodiny. Struktura slitiny 909Y, zachycená pomocí světelného optického mikroskopu, je ukázána na obrázcích Obr. 59 a 60. Při žíhání došlo k rozdělení velkých dendritických oblastí na menší o zhruba poloviční velikosti oproti dendritům v materiálu ve stavu as received. Také hustota rozložení částic v matrici se snížila. Určité množství částic se rozpustilo v základním materiálu.



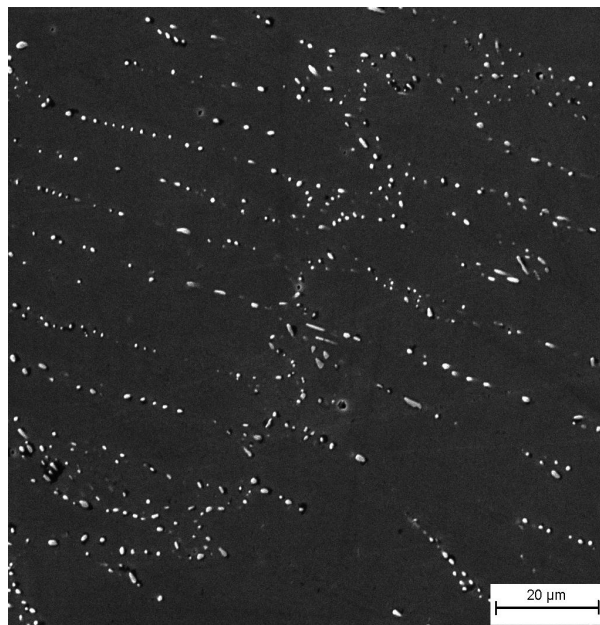
*Obr. 59 – Struktura materiálu 909Y
zvětšeno 200x, neleptáno*



*Obr. 60 – Struktura materiálu 909Y
zvětšeno 1000x, neleptáno*



Obr. 61 – Řádkovité uspořádání částic v materiálu 909Y (snímek z REM), leptadlo KFM I

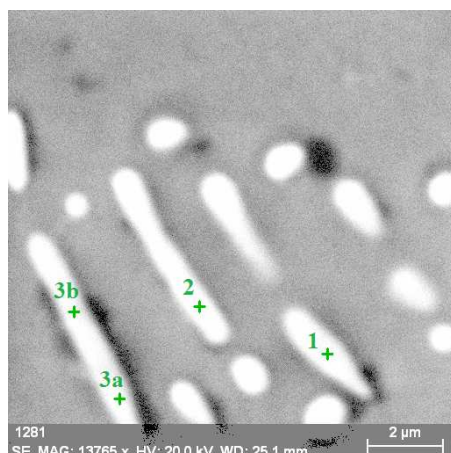


Obr. 62 – Detail řádkovitého uspořádání částic v materiálu 909Y (snímek z REM), leptadlo KFM I

V některých částech vzorku byly zdokumentovány oblasti, v nichž došlo k pravidelnému řádkovitému uspořádání částic, pravděpodobně ve směru, v němž byl materiál při zpracování válcován. Řádkovitost částic je patrná z obrázků Obr. 61 a 62, pořízených prostřednictvím rastrovacího elektronového mikroskopu (REM) za použití detektoru sekundárních elektronů (SE detector) a při urychlovacím napětí 20kV.

Na vzorcích 909Y byla provedena bodová energiově disperzní analýza (EDX) pro ověření chemického složení částic. Bylo zjištěno, že se v materiálu vyskytují dva různé typy částic, které jsou vzhledově stejné, ale mají odlišné chemické složení. Výsledky EDX analýzy jsou shrnuty v tabulce Tab. 16, testované částice jsou zobrazeny na obrázku Obr. 63.

Obsah uhlíku naměřený při jednotlivých měřeních je téměř neměnný, lze tedy předpokládat, že uhlík není zodpovědný za rozptýl v obsahu naměřeného niobu, jako tomu bylo v případě materiálu 909 *as received*. V částicích 1 a 2 je obsah niobu dvojnásobný než v částici 3. Obsah změřeného hliníku je ve všech částicích téměř stejný, mění se zastoupení železa. Částice 1 a 2 by tedy mohly být tvořeny Lavesovou fází (Fe, Al)Nb, částice 3 pak buď Lavesovou fází (Fe, Al)₂Nb nebo dle srovnání s [14] L2₁ fází Fe₂AlNb. Pro přesnější závěry by bylo třeba otestovat vzorek jinými metodami prvkové analýzy- např. rentgenovou nebo elektronovou difrakcí, příp. vlnově disperzní analýzou (WDA).



Obr. 63 – Lokalizace bodové EDX analýzy na částicích v materiálu 909Y

Tab. 16 – Chemické složení precipitátů materiálu 909Y zjištěné bodovou energiově disperzní analýzou

	at. % C	at. % Al	at. % Fe	at. % Nb
částice 1 (bod 1 na Obr. 63)	~ 16,0	9,0	32,5	42,5
částice 2 (bod 2 na Obr. 63)	~ 14,5	11,0	39,0	35,5
částice 3a (bod 3a na Obr. 63)	~ 14,0	15,0	56,5	14,5
částice 3b (bod 3b na Obr. 63)	~ 16,0	12,5	51,5	20,0

Vysokoteplotní mechanické zkoušky materiálu 909Y

Pro materiál 909Y se stanovovaly hodnoty vysokoteplotních mechanických vlastností při 600°C. Ve srovnání s materiálem v základním stavu (*909 as received*) vykazoval vyžíhaný vzorek 909Y při zkušební teplotě 600°C mírně vyšší mez kluzu v tlaku. Porovnání hodnot vysokoteplotních mechanických vlastností vzorků *909 as received* a 909Y při 600°C je uvedeno v tabulce Tab. 19. v diskusi výsledků. Rovněž průběhy tlakových křivek pro oba materiály při 600°C a deformační rychlosti 10^{-4} s^{-1} (viz obrázek Obr. 81) jsou uvedeny v diskusi výsledků.



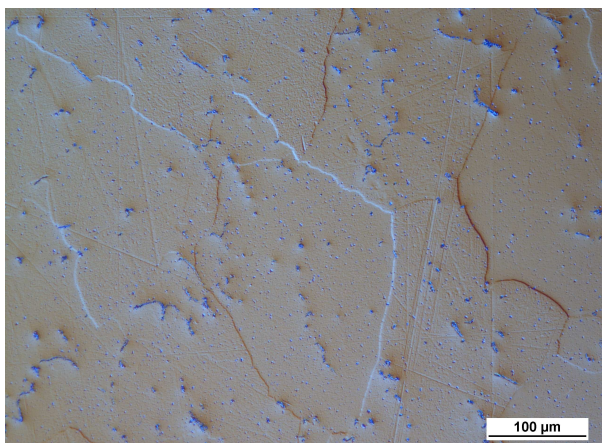
4.4. Materiál po creepových testech

4.4.1. Materiál 907 po creepových testech

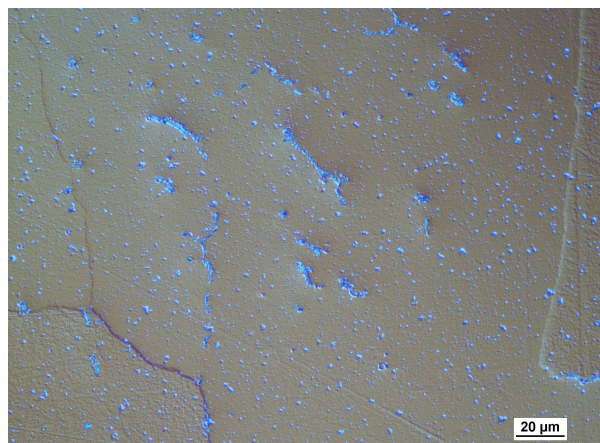
Vzorky označené jako 907_03, 907Z_01 a 907Y_04 (vzorky se od sebe lišily následným tepelným zpracováním dle tabulky Tab. 4) byly podrobeny creepovým zkouškám při teplotě 800°C. Struktura materiálu po creepových testech je zachycena na obrázcích Obr. 64, 65, 66, 67, 68 a 69.

V důsledku creepového napětí a zvýšené creepové teploty (800°C) došlo u materiálu 907_03 (viz obrázky Obr. 64 a 65) k rozpuštění větších shluků částic uvnitř zrn a vytvoření hustého oblaku precipitátů v celém objemu zrn, což dokumentuje obrázek Obr. 65 (pro srovnání struktura necreepovaného vzorku viz obrázek Obr. 40). Tvar a velikost zrn zůstaly bez podstatnějších změn.

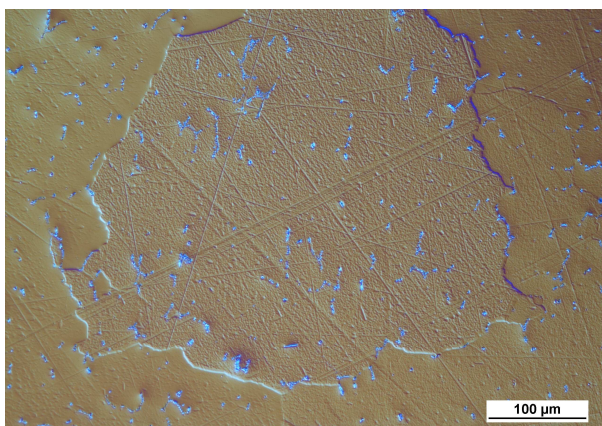
Rovněž u materiálu 907Z_01 (viz obrázky Obr. 66 a 67) nedošlo k žádné výrazné změně tvaru zrn. Ve srovnání s necreepovaným materiálem 907Z se snížila četnost precipitátů –



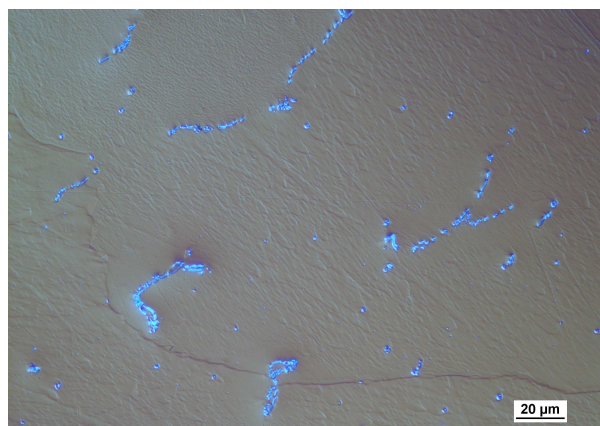
Obr. 64 – Struktura materiálu 907_03
zvětšeno 200x, neleptáno



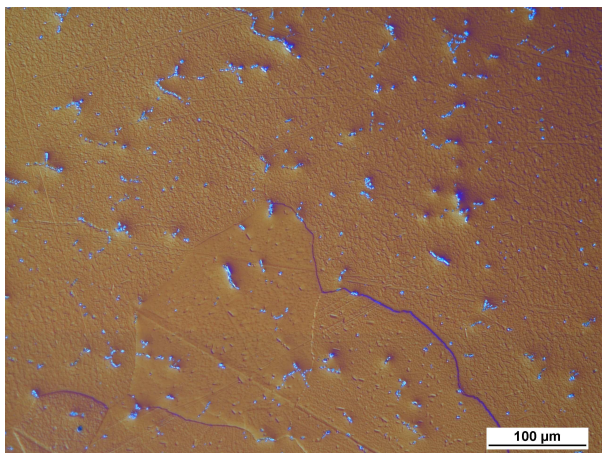
Obr. 65 – Struktura materiálu 907_03
zvětšeno 500x, neleptáno



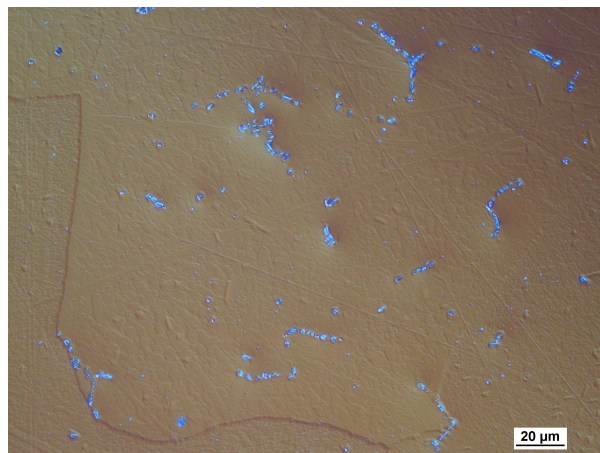
Obr. 66 – Struktura materiálu 907Z_01
zvětšeno 200x, neleptáno



Obr. 67 – Struktura materiálu 907Z_01
zvětšeno 500x, neleptáno



Obr. 68 – Struktura materiálu 907Y_04
zvětšeno 200x, neleptáno



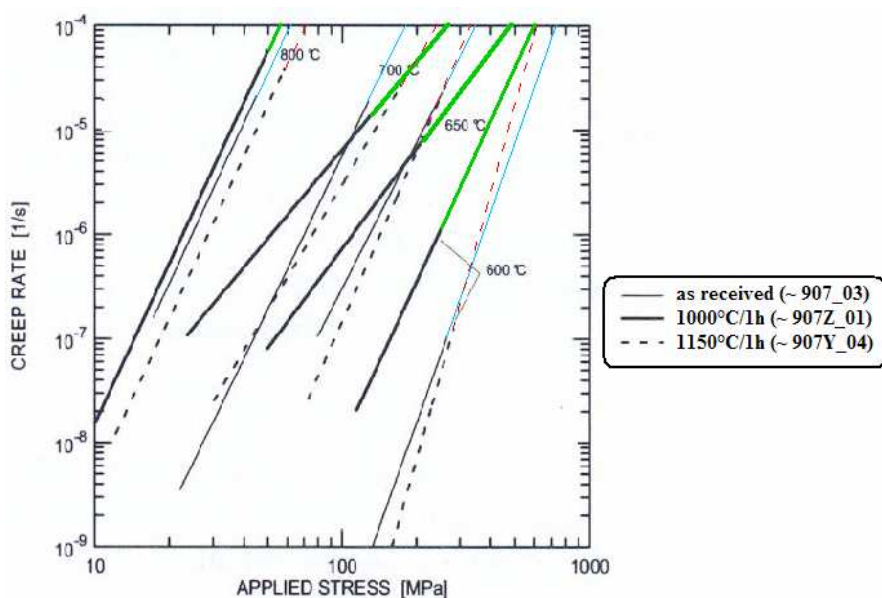
Obr. 69 – Struktura materiálu 907Y_04
zvětšeno 500x, neleptáno

pravděpodobně se díky zvýšené creepové teplotě rozpustily v matici. Zbylé precipitáty tvořily stejně jako v materiálu 907Z větší shluky.

Struktura materiálu 907Y_04 (viz obrázky Obr. 68 a 69) se v porovnání s necreepovaným vzorkem 907Y nelišila. Tvar a velikost zrn i množství a rozmístění precipitátů se nezměnilo.

Odlišnosti v chemickém složení oproti necreepovaným vzorkům nebyly pomocí EDX analýzy zjištěny.

Výsledky creepových testů pro materiál 907 odpovídají datům uvedeným v článku [15]. Grafy závislosti creepové rychlosti na aplikovaném napětí při různých teplotách a rozdílných stavech materiálu dle [15] jsou uvedeny na obrázku Obr. 70. Lineární extrapolací



Obr. 70 – Závislost creepové rychlosti na aplikovaném napětí pro materiál 907 dle [15]



dat v grafu na obrázku Obr. 70 (viz barevně dokreslené části přímek) lze určit předpokládané napětí, při němž by bylo dosaženo creepové rychlosti 10^{-4} s^{-1} . Hodnoty aplikovaného napětí při creepové rychlosti 10^{-4} s^{-1} a různých teplotách a stavech materiálu jsou uvedeny na obrázku Obr. 83 v diskusi výsledků.

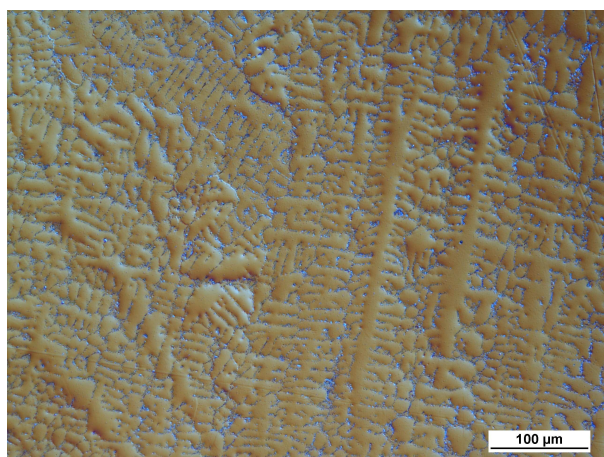
4.4.2. Materiál 909 po creepových testech

Creepové testy při teplotě 800°C byly provedeny také na materiálu 909, a to na vzorcích s označením 909_03, 909Z_04 a 909Y_04 (viz tabulka Tab. 4). Struktura creepovaných materiálů je zobrazena na obrázcích Obr. 71, 72, 73, 74 a 75.

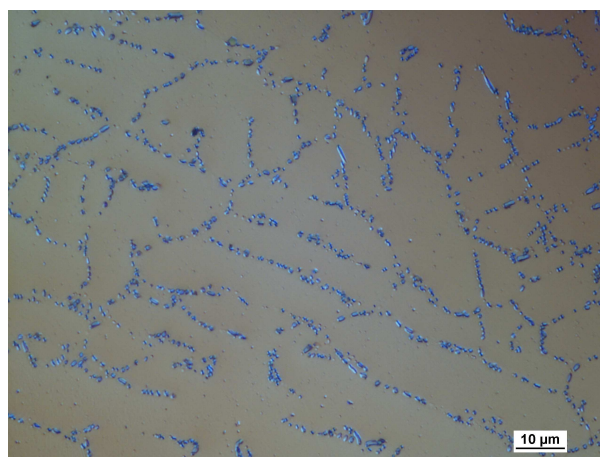
U vzorku 909_03 (viz obrázek Obr. 71) došlo v porovnání s materiálem v základním stavu (909 *as received*) při zvýšené creepové teplotě k rozpuštění eutektika, tvořeného shluky jemných částic, a zbylé precipitáty se srovnaly do tenkých linií podél hranic zrn (viz obrázek Obr. 72).

V případě materiálu 909Z_04 (viz obrázek Obr. 73) nedošlo narozdíl od materiálu 909_03 při creepové teplotě k rozpuštění shluků jemných částic, což je patrné z obrázku Obr. 74. Částice zůstaly v matici rozloženy stejně jako u necreepovaného vzorku 909Z.

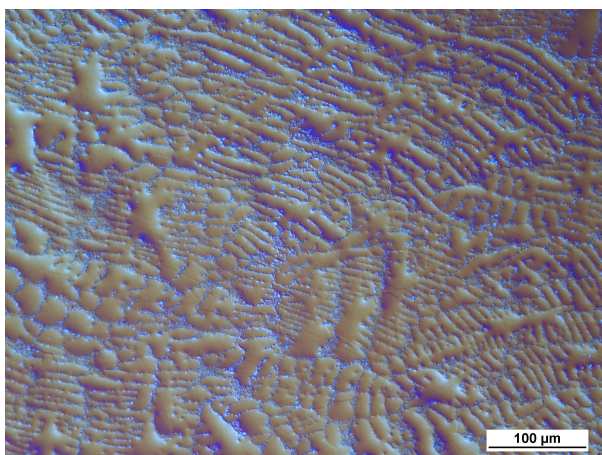
Materiál 909Y_04 (viz obrázek Obr. 75) měl v protikladu ke vzorkům 909_03 a 909Z_04 mírně zvětšené dendritické oblasti oproti základnímu necreepovanému vzorku 909Y. Není zde však patrné žádné protažení dendritů ve směru působícího creepového napětí ani změna v rozložení precipitátů v matici.



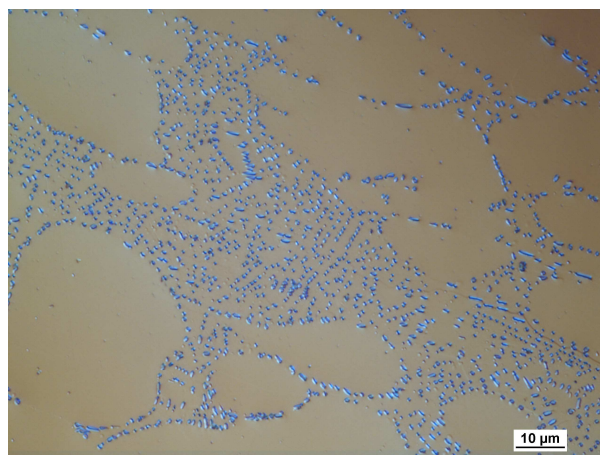
Obr. 71 – Struktura materiálu 909_03
zvětšeno 200x, neleptáno



Obr. 72 – Struktura materiálu 909_03
zvětšeno 1000x, neleptáno



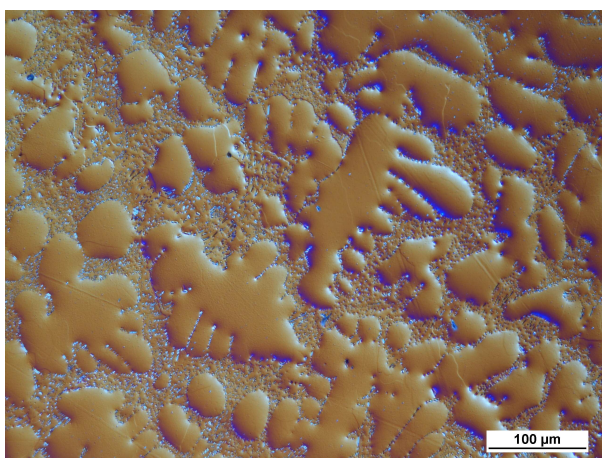
Obr. 73 – Struktura materiálu 909Z_04
zvětšeno 200x, nelepáno



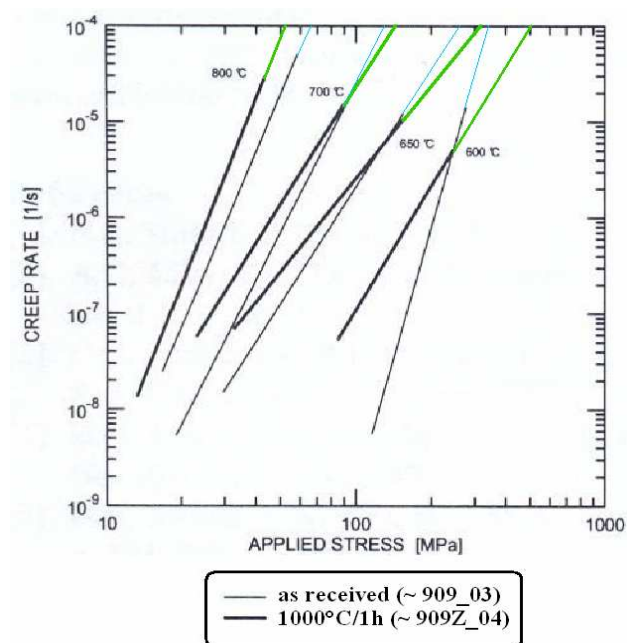
Obr. 74 – Struktura materiálu 909Z_04
zvětšeno 1000x, nelepáno

Odlišnosti v chemickém složení oproti necreepovaným vzorkům nebyly pomocí EDX analýzy zjištěny.

Vyhodnocení creepových testů pro materiál 909 při různých zkušebních teplotách dle [15] je uvedeno na obrázku Obr. 76. Lineární extrapolací dat z [15] bylo opět určeno předpokládané napětí, při kterém by creepová rychlost odpovídala 10^{-4} s^{-1} . Hodnoty aplikovaného napětí při creepové rychlosti 10^{-4} s^{-1} a různých teplotách a stavech materiálu jsou uvedeny na obrázku Obr. 83 v diskusi výsledků.



Obr. 75 – Struktura materiálu 909Y_04
zvětšeno 200x, nelepáno

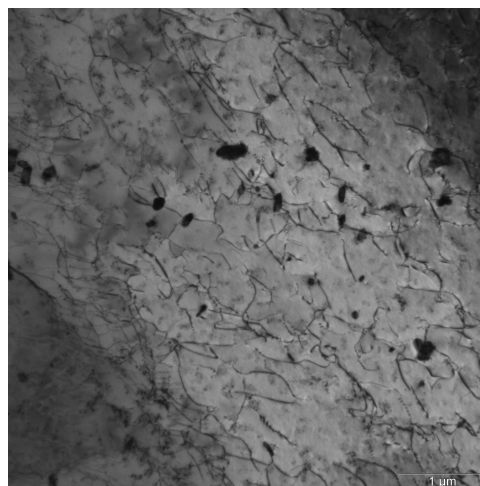
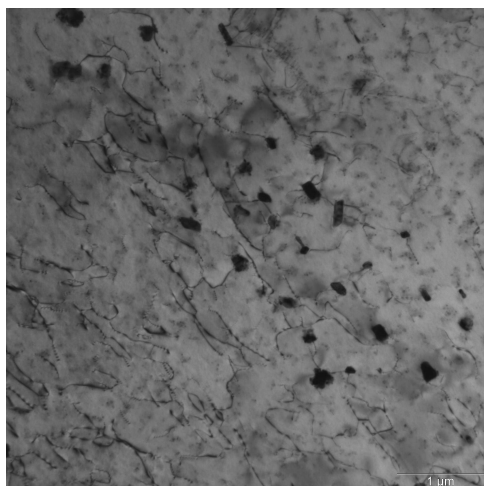


Obr. 76 – Závislost creepové rychlosti na
aplikovaném napětí pro mate-
riál 909 dle [15]

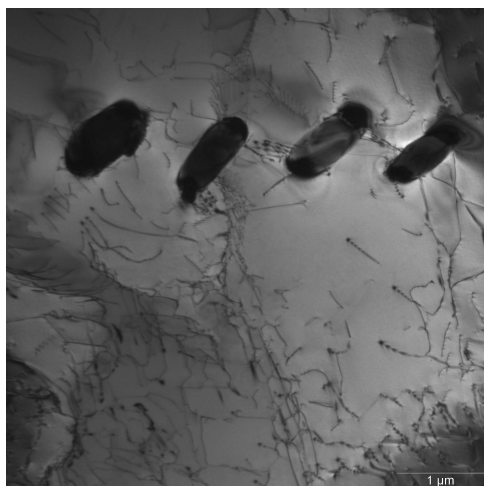


4.4.3. Transmisní elektronová mikroskopie creepovaných vzorků 907 a 909

Vzorky 907Z_01 a 909Z_04 (žíhané 1000°C/1h a poté creepované při 800°C) byly zkoumány pomocí transmisní elektronové mikroskopie (TEM) při 600°C. Obrázky Obr. 77 a 78 zachycují strukturu obou materiálů. Na snímcích, které byly pořízeny na transmisním elektronovém mikroskopu při zobrazení ve světlém poli, jsou dobře patrné tmavé částice precipitátů i tenké linky dislokací. V materiálu 907Z_01 (viz obrázek Obr. 77) byly pozorovány oblasti s menšími částicemi o rozměrech cca 200 nm, ale částice byly v matici distribuovány velmi řídce a byly od sebe příliš vzdáleny, aby mohly výrazněji ovlivnit pohyb dislokací. Rovněž v materiálu 909Z_04 (viz obrázek Obr. 78) jsou vzdálenosti mezi částicemi značné a precipitáty mají navíc rozměry v řádech mikrometrů, což je způsobeno vyšším obsahem uhlíku ve slitině.



Obr. 77 – Struktura materiálu 907Z_01 zachycená pomocí TEM ve světlém poli při 600°C [16]

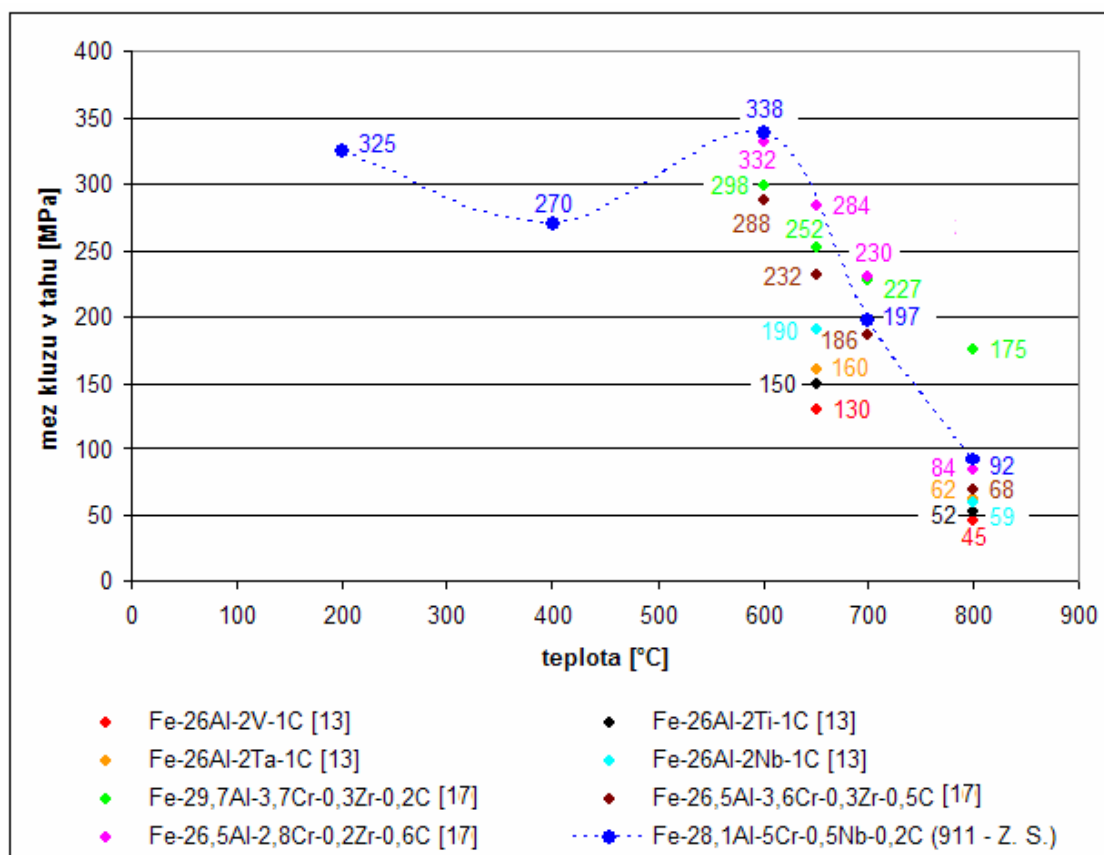


Obr. 78 – Struktura materiálu 909Z_04 zachycená pomocí TEM ve světlém poli při 600°C [16]



5. DISKUSE VÝSLEDKŮ

V materiálu 911 s přidavkem chromu se vytvářejí precipitáty NbC a chrom se rozpouští v matici, což má výrazně pozitivní vliv na stabilitu slitiny za vysokých teplot (1400°C), jak bylo prokázáno při dlouhodobém žhání 1400°C/100 hod. Ve srovnání s materiály studovanými a popsány v článku [13] vykazuje vzorek 911 – Z. S. vyšší hodnoty meze kluzu v tahu při teplotách 600 – 800°C, jak ukazuje obrázek Obr. 79. I v porovnání se vzorky s přidavkem chromu a zirkónia, o nichž je pojednáno v článku [17], vykazuje materiál 911 – Z. S. srovnatelné nebo lepší vysokoteplotní mechanické vlastnosti. Jedinou výjimku představuje slitina Fe-29,7Al-3,7Cr-0,3Zr-0,2C zmíněná v článku [17], u níž byly experimentálně zjištěny vyšší hodnoty mechanických vlastností při teplotách v rozmezí 700 – 800°C, než byly naměřeny pro vzorek 911 – Z. S.. Lze tedy konstatovat, že chrom rozpouštěný v matici aluminidů železa má pozitivní vliv na vysokoteplotní mechanické vlastnosti a stabilitu materiálu.



Obr. 79 – Srovnání meze kluzu v tahu materiálu 911 – Z. S. a slitin legovaných V, Ti, Ta a Nb (dle [13]) nebo Cr a Zr (dle [17]) při deformační rychlosti 10^{-4} s^{-1}



Tab. 17 – Porovnání hodnot mezí kluzu materiálů Fe-28Al [3] a Fe-27,6Al-1,2Nb-0,2C (907 as received)

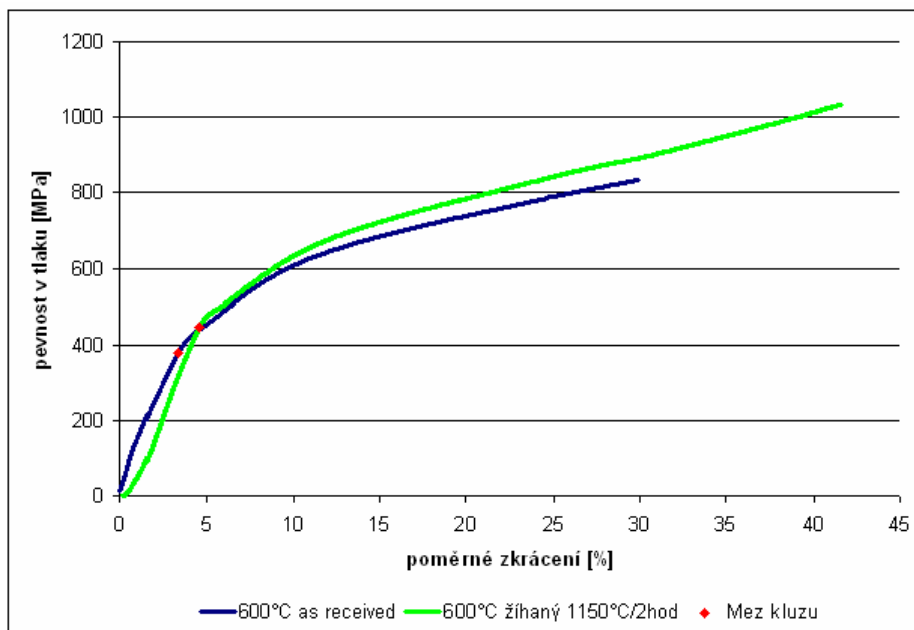
teplota [°C]	mez kluzu [MPa]	
	Fe-28Al	Fe-27,6Al-1,2Nb-0,2C (907 as received)
200	260	413
400	280	433
600	320	377
800	90	103

U materiálu 907 byl prokázán kladný efekt niobu a uhlíku na vysokoteplotní mechanické vlastnosti (viz tabulka Tab. 17). V porovnání s binární slitinou Fe – 28Al dle [3] (viz Obr. 6) dosahoval materiál 907 as received podstatně vyšší meze kluzu při všech zkušebních teplotách (200 – 800°C), což dokumentuje vliv zpevnění matrice prostřednictvím precipitátů. Srovnání meze kluzu materiálu Fe-28Al dle [3] (viz Obr. 6) a materiálu 907 as received (Fe-27,6Al-1,2Nb-0,2C) je zpracováno v tabulce Tab. 17.

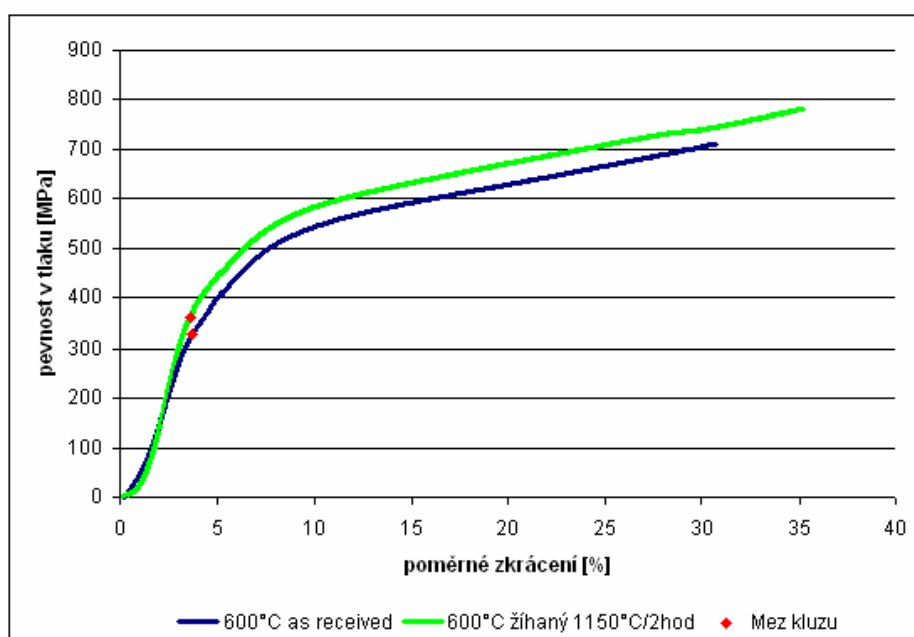
Rovněž byl potvrzen vliv vyžíhání slitiny na vysokoteplotní mechanické vlastnosti. Vyžíhaný materiál 907Y vykazoval ve srovnání s materiálem v základním stavu (907 as received) o 68 MPa vyšší mez kluzu. Zpevnění materiálu 907Y bylo pravděpodobně dosaženo jednak vlivem rozpuštění části precipitátů do tuhého roztoku, čímž došlo ke zpevnění matrice, a jednak díky vzniku velkého množství drobných precipitátů v celém objemu zrn. Porovnání vysokoteplotních mechanických vlastností materiálů 907 as received a 907Y při 600°C je uvedeno v tabulce Tab. 18. Na obrázku Obr. 80 je znázorněno srovnání tlakových křivek pro oba materiály při 600°C a deformační rychlosti 10^{-4} s^{-1} . Pozitivním zjištěním je, že při žíhání nedošlo ke změně tvaru ani rozměrů zrn. Zrna zůstala stabilní i za vyšších teplot a nehrubla, vlivem zvýšené teploty došlo pouze k částečnému rozpuštění precipitátů.

Tab. 18 – Porovnání hodnot vysokoteplotních mechanických vlastností materiálů 907 as received a 907Y při 600°C

materiál	mez kluzu [MPa]	mez pevnosti [MPa]	tažnost [%]
907 as received	377	834	30,0
907Y (1150°C/2hod)	445	1035	41,6



Obr. 80 – Porovnání průběhů tlakových křivek materiálů 907 as received a 907Y při 600°C a deformační rychlosti $10^{-4} s^{-1}$



Obr. 81 – Porovnání průběhů tlakových křivek materiálů 909 as received a 909Y při 600°C a deformační rychlosti $10^{-4} s^{-1}$

Obdobně jako v případě materiálu 907 byl i u vzorků 909 prokázán pozitivní vliv vyžhání slitiny na vysokoteplotní mechanické vlastnosti. Materiál 909Y (žíhaný 1150°C/1 hod) dosahoval o 34 MPa vyšší meze kluzu než nežíhaný vzorek 909 as received, jak je patrné z průběhu tlakových křivek (viz obrázek Obr. 81) pro oba materiály při zkušební teplotě



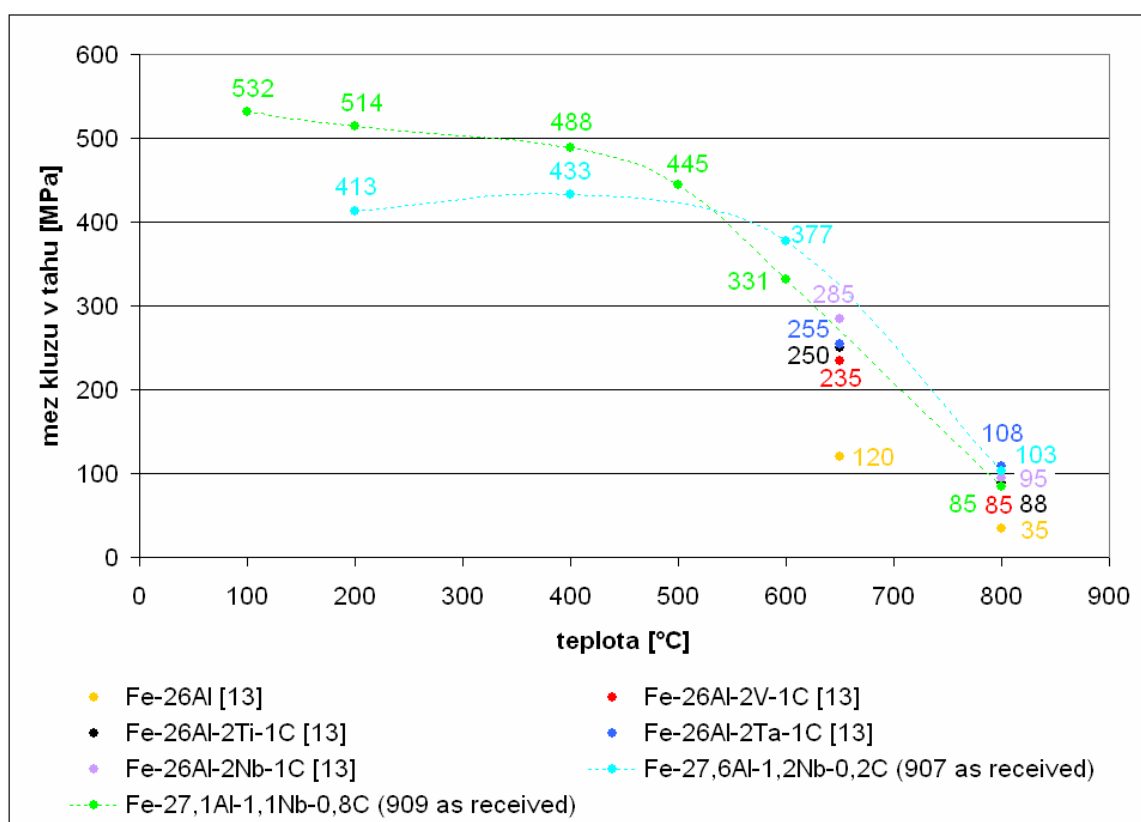
600°C a deformační rychlosti 10^{-4} s^{-1} . Zpevnění vyžíhaného materiálu bylo pravděpodobně dosaženo díky rozpuštění určitého množství částic v matici.

Shrnutí hodnot vysokoteplotních mechanických vlastností pro vzorky *909 as received* a *909Y* při teplotě 600°C je uvedeno v tabulce Tab. 19.

Porovnání závislosti meze kluzu v tlaku materiálů *907 as received*, *909 as received* a slitin popsanych v článku [13] je ukázáno na obrázku Obr. 82. U materiálu *909 as received* se neprojevila anomálie meze kluzu, jak bylo předpokládáno s ohledem na literaturu (např. viz článek [13]), což může být způsobeno zvýšeným obsahem uhlíku. Vyšší obsah uhlíku měl kladný vliv na mez kluzu slitiny pouze při teplotách do zhruba 500°C. Nad 500°C vykazoval

Tab. 19 – Porovnání hodnot vysokoteplotních mechanických vlastností materiálů *909 as received* a *909Y* při 600°C

materiál	mez kluzu [MPa]	mez pevnosti [MPa]	tažnost [%]
909 as received	331	711	30,7
909Y (1150°C/2hod)	364	783	35,3

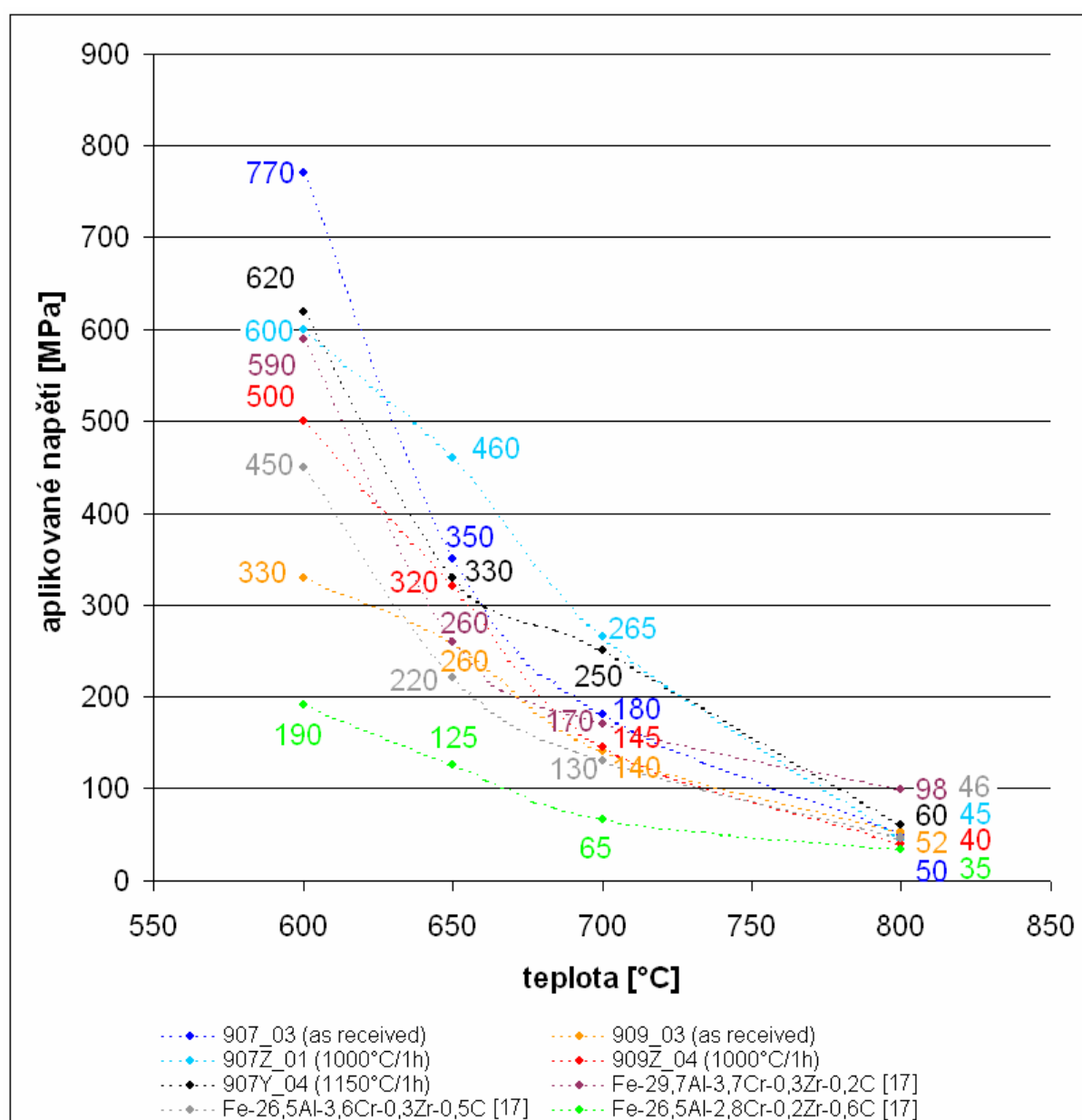


Obr. 82 – Srovnání meze kluzu v tlaku materiálů *907 as received*, *909 as received* a slitin nelegovaných či legovaných titanem, vanadem nebo tantalem (dle [13]) při deformační rychlosti 10^{-4} s^{-1}



lepší mechanické vlastnosti materiál 907 *as received*. Po porovnání se slitinami uvedenými v článku [13] je patrné, že zkušební vzorky 907 a 909 s přidavkem niobu mají při teplotách 600 – 800°C vyšší mez kluzu v tlaku než aluminidy železa nelegované či legované titanem, vanadem nebo tantalem (s výjimkou slitiny Fe-26Al-2Ta-1C, která při 800°C dosahuje nejvyšší meze kluzu v tlaku ze sledovaných materiálů).

Na obrázku Obr. 83 je ukázána závislost aplikovaného napětí na teplotě při creepové rychlosti 10^{-4}s^{-1} . Z grafu je patrné, že vzorky 909 s vyšším obsahem uhlíku se musí



Obr. 83 – Křivky závislosti aplikovaného napětí na teplotě při creepové rychlosti 10^{-4}s^{-1} pro materiály 907, 909 a slitiny legované chromem a zirkóniem



zatěžovat pro dosažení požadované creepové rychlosti nižším napětím než vzorky 907, které mají lepší creepové vlastnosti při všech sledovaných teplotách. Z průběhu křivek závislosti pro slitinu 907 při různých tepelných zpracování vyplývá, že za vysokých teplot je možné aplikovat vyšší creepové napětí na vzorky vyžíhané při 1000°C nebo 1150°C, než na vzorky tepelně nezpracované.

Pro porovnání creepového chování byly použity slitiny s přídavkem chromu a zirkónia, popsané v článku [17]. Kromě materiálu Fe-29,7Al-3,7Cr-0,3Zr-0,2C vykazovaly vzorky studované v článku [17] horší creepové vlastnosti, než slitiny 907 a 909. Legování aluminidů železa niobem má tedy pozitivní vliv i na creepové chování materiálu.

Z TEM vyplynulo (viz obrázky Obr. 77 a 78), že jak v materiálu 907Z_01, tak v 909Z_04 jsou od sebe precipitáty příliš vzdáleny (2 μm a více), aby dokázaly účinně zachytávat dislokace. V materiálu 907Z_01 se sice vyskytují oblasti s menšími částicemi o velikosti okolo 200 nm, ale i tyto částice jsou od sebe natolik vzdálené, že případy zachycení dislokací jsou velmi řídké.

Z těchto důvodů se křivka teplotní závislosti meze kluzu u obou materiálů příliš neliší a hodnoty meze kluzu při některých teplotách mohou být dokonce u méně legovaného materiálu 907 vyšší, než v případě slitiny 909.



6. ZÁVĚR

1. U materiálu 911 (Fe-28,1Al-5Cr-0,5Nb-0,2C) byl prokázán pozitivní vliv chromu na vysokoteplotní stabilitu aluminidů železa. Ve struktuře se vytvářely precipitáty NbC, které se podílely na zpevňování slitiny, a veškerý chrom se rozpustil v matici, čímž ji zpevnil prostřednictvím tuhého roztoku.
2. Při vysokoteplotních mechanických testech byla u vzorku 911 zaznamenána výrazná anomálie meze kluzu. Tvrdost slitiny 911 se pohybovala okolo 264 HV 0,5 u vzorků bez tepelného zpracování a okolo 286 HV 0,5 u vzorků vyžíhaných, což potvrzuje kladný efekt tepelného zpracování na mechanické vlastnosti materiálu.
3. U slitin 907 (Fe-27,6Al-1,2Nb-0,2C) a 909 (Fe-27,1Al-1,1Nb-0,8C) byl prokázán příznivý vliv legování materiálu niobem a uhlíkem na vysokoteplotní mechanické vlastnosti v porovnání s binární slitinou Fe-28Al, kdy legovaná slitina dosahovala 2,5 – 3x vyšší meze kluzu při 800°C, než slitina binární. Legované aluminidy železa mají i při 800°C mez kluzu 80 – 100 MPa, takže jsou z konstrukčního hlediska použitelné až do této teploty.
4. Z hlediska vysokoteplotních mechanických vlastností se jako optimální jeví vyžíhané slitiny 907 a 909. Po vyžíhání u nich došlo k nárůstu meze kluzu o 30 – 70 MPa (při zkušební teplotě 600°C). Přestože z TEM creepovaných vzorků vyplynulo, že rozložení precipitátů v matici není účinné pro zachycování dislokací a obdobný stav lze předpokládat i u materiálu v základním stavu, během žíhání se precipitáty rozpouštěly do tuhého roztoku a zpevňovaly tím matici. U materiálu 907 byla při vysokoteplotních mechanických testech pozorována pouze nevýrazná anomálie meze kluzu, v případě vzorku 909 se anomálie meze kluzu neprojevila vůbec.
5. Zpevňující částice v matici aluminidů železa u slitiny 907 i 909 byly pravděpodobně typu (Fe,Al)₂Nb. U vzorku 909Y (žíháno 1150°C/1hod) však byly dokumentovány dva typy precipitátů, z nichž jedny by svým chemickým složením mohly odpovídat fázi (Fe,Al)Nb a druhé buď (Fe,Al)₂Nb nebo Fe₂AlNb. Přesné chemické složení bude analyzováno pomocí rentgenové nebo elektronové difrakce.
6. Po tepelném zpracování ani po creepových testech nedošlo u vzorků 907 a 909 ke změně tvaru ani rozměrů zrn.



7. POUŽITÁ LITERATURA

- [1] *Intermetalické sloučeniny*. [online].[cit. 2011-11-27]. Dostupné z:
http://katedry.fmmi.vsb.cz/637/soubory/KOVYII_IMC.pdf
- [2] *Intermetalika a jevy tvarové paměti*. [online].[cit. 2011-11-27]. Dostupné z:
<http://archiv.otevrena-veda.cz/users/Image/default/C2Seminare/MultiObSem/003.pdf>
- [3] MC KAMEY, C. G. Iron Aluminides. In *Physical Metallurgy and processing of Intermetallic Compounds*, eds. STOLOFF N. S. – SIKKA V. K., 1994, 351 – 391.
- [4] SCHNEIDER, A. a kol. Constitution and microstructures of Fe – Al – M – C (M = Ti, V, Nb, Ta) alloys with carbides and Laves phase. In *Intermetallics 11* (2003). 443 – 450.
- [5] JAHODOVÁ, V. *Struktura a mechanické vlastnosti slitin železa s vysokým obsahem Al a s přísadami titanboridu a zirkonia zejména při vysokých teplotách*. Liberec, 2008. 54s. Diplomová práce na Technické univerzitě v Liberci na katedře materiálu. Vedoucí diplomové práce Ing. Pavel Hanus, PhD.
- [6] VELES, P. *Mechanické vlastnosti a skúšanie kovov*. 2. vydání. Nakladatelství Alfa: Bratislava 1989.
- [7] *Creep a lom při creepu*. [online].[cit. 2011-12-02]. Dostupné z:
ime.fme.vutbr.cz/files/vyuka/GS0/09%20-%20Creep.doc
- [8] MORRIS, D. G. Possibilities for high – temperature strengthening in iron aluminides. In *Intermetallics 6* (1998). 753 – 758.
- [9] PALM, M. Phase equilibria in the Fe corner of the Fe – Al – Nb system between 800 and 1150°C. In *Journal of Alloys and Compounds* (2009). 173 – 177.
- [10] KRATOCHVÍL, P. a kol. High – temperature mechanical properties of Zr alloyed Fe₃Al – type iron aluminide. In *Intermetallics 15* (2006). 333 – 337.
- [11] PALM, M. Concepts derived from phase diagram studies for the strengthening of Fe – Al-based alloys. In *Intermetallics 13* (2005). 1286 – 1295.
- [12] PALM, M., SCHNEIDER, A., STEIN, F., SAUTHOFF, G. Strengthening of iron aluminide alloys for high-temperature applications. In *Mater. Res. Soc. Symp. Proc. Vol. 842*. 2005, S1.7.1 – S1.7.12.
- [13] FALAT, L., SCHNEIDER, A., SAUTHOFF, G., FROMMEYER, G. Mechanical properties of Fe – Al – M – C (M= Ti, V, Nb, Ta) alloys with strengthening carbides and Laves phase. In *Intermetallics 13* (2005). 1256 – 1262.
- [14] MORRIS, D. G., REQUEJO, L. M., MUNOZ – MORRIS, M. A. A study of precipitation in D0₃ ordered Fe – Al – Nb alloy. In *Intermetallics 13* (2005). 862 – 871.
- [15] DOBEŠ, F. The influence of heat-treatment on creep resistance of Fe-Al alloys with additions of niobium and carbon. In *Acta Metallurgica Slovaca, Vol. 16*. 2010, 223 – 228.
- [16] PEŠIČKA J., Nepublikované výsledky, UK MFF Praha 2012.
- [17] KRATOCHVÍL, P. a kol. Microstructure and high temperature mechanical properties of Zr – alloyed Fe₃Al – type aluminides: The effect of carbon. In *Materials Science and Engineering A*. 2012.